

(19) 日本国特許庁 (J.P.)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号
特表2002-517597
(P2002-517597A)

(43) 公表日 平成14年6月18日 (2002.6.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
C 0 9 K 19/34		C 0 9 K 19/34	2 H 0 8 8
C 0 7 D 213/61		C 0 7 D 213/61	4 C 0 5 5
G 0 2 F 1/141		G 0 2 F 1/141	4 H 0 2 7

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 36 頁)

(21) 出願番号	特願2000-553529(P2000-553529)	(71) 出願人	アベンティス リサーチ アンド テクノ ロジーズ ジーエムビーエイチ アンド シーオー. ケージー ドイツ連邦共和国 D-65926 フランク フルト アム マイン (番地なし)
(86) (22) 出願日	平成11年6月8日 (1999.6.8)	(72) 発明者	ヴィンゲン, ライネル ドイツ連邦共和国 D-65795 ハッテル スハイム, ランゲンハイネル ヴェーク ll
(85) 翻訳文提出日	平成12年12月8日 (2000.12.8)	(72) 発明者	ホルヌンク, バルバラ ドイツ連邦共和国 D-63594 ハッセル ロース, シュールシュトラッセ 21アー
(86) 国際出願番号	PCT/EP99/03935	(74) 代理人	弁理士 葛和 清司
(87) 国際公開番号	WO99/64537		
(87) 国際公開日	平成11年12月16日 (1999.12.16)		
(31) 優先権主張番号	198 25 488. 1		
(32) 優先日	平成10年6月8日 (1998.6.8)		
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		
(81) 指定国	EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, I T, LU, MC, NL, PT, SE), BR, CA, C N, CZ, HU, JP, KR, MX, PL, RU, US		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単安定強誘電性アクティブマトリックスディスプレイ

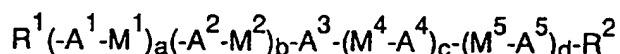
(57) 【要約】

本発明は、明確に定められた方向にある smC^* 相の層に対する法線 z を有するモノドメインの形態で液晶層を含有する単安定強誘電性アクティブマトリックスディスプレイに関する。本発明の特徴は、層に対する法線 z とネマティックまたはコレステリック相 (N^* 相) の配向方向 n とが、 5° よりも大きい角度を形成していることにある。

【特許請求の範囲】

【請求項1】明確に定められた方向にある $s m C^*$ 相の層法線 z を有するモノドメインの形態で液晶層を含有する単安定強誘電性アクティブマトリックスディスプレイであって、層法線 z とネマティックまたはコレステリック相 (N^* 相) の配向方向 n とが、 5° よりも大きい角度を形成しており、当該液晶層は、少なくとも1種の式(1)で表わされる化合物を含有する、上記アクティブマトリックスディスプレイ；

【化1】



式中、

A^3 はフッ素化されている単核状、二核状または三核状の窒素含有芳香族基であり、

R^1 および R^2 は、相互に独立して、同一または相違しており、それぞれ水素であるか、または炭素原子2～16個を有するアルキル基またはアルキルオキシ基であり、この基中に存在する1個または2個の $-CH_2-$ 基は、 $-CH=CH-$ 、 $-OC(=O)-$ 、 $-(O)C-O-$ 、 $-Si(CH_3)_2-$ またはシクロプロパン-1,2-ジイルにより置き換えられていてもよく、またこの基中に存在する1個または2個以上のH原子は、Fにより置き換えられていてもよいが、ただし R^1 および R^2 は両方ともに、水素であることはできなく、もしくは、

R^1 および R^2 は、基 M^7-R^7 であり、

ここで R^7 は、少なくとも1個の不斉炭素原子を有する基であり、この不斉炭素原子は、炭素原子3～16個を有するアルキル基の一部であり、この基中に存在する1～4個の $-CH_2-$ 基はまた、 $-O-$ 、 $-OC(=O)-$ または $-(O)C-O-$ により置き換えられていてもよく、またこの不斉炭素原子の置換基の1個は、 $-CH_3$ 、 $-CF_3$ 、 $-OCH_3$ 、Cl、FまたはCNでなければならない、

もしくはこの不斉炭素原子は、3員～7員の炭素環の一部であり、この環に存在する1個の $-CH_2-$ 基または隣接していない2個の $-CH_2-$ 基はまた、-

O-により置き換えられていてもよく、または1個の $-CH_2-$ 基は、 $-OC(=O)-$ または $-(O=)C-O-$ により置き換えられていてもよく、

M^7 は、不斉炭素原子がアルキル鎖の一部である場合、単結合であり、また不斉炭素原子が R^7 について定義されている炭素環の一部である場合、単結合、 $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-OC(=O)-$ または $-C(O=)CO-$ であり；

A^1 、 A^2 、 A^4 および A^5 は、相互に独立して、同一または相違しており、それぞれ1, 4-フェニレン（この基は未置換であるか、またはFまたはClにより単置換又は二置換されている）、1, 3-フェニレン（この基は未置換であるか、または1個または2個のFにより置換されている）、シクロヘキシ-1-エン-1, 4-ジイル、シクロヘキシ-2-エン-1, 4-ジイル、1-アルキル-1-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイル、ビスクロ[2.2.2]オクタン-1, 4-ジイル、インダン-2, 6-ジイルまたはナフタレン-2, 6-ジイルであり；

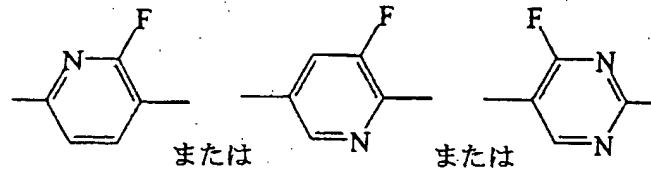
M^1 、 M^2 、 M^4 および M^5 は、相互に独立して、同一または相違しており、それぞれ単結合、 $-OC(=O)-$ 、 $-(O=)C-O-$ 、 $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ または $-C\equiv C-$ であり；

a、b、c および d はそれぞれ、0 または 1 であるが、ただし $1 \leq \{a + b + c + d\} \leq 3$ であり、および相当する指数が 0 である場合、 $(A^x - M^x)$ は単結合である。

【請求項2】 A^3 が、フッ素化ビリジン、フッ素化ビリミジン、フッ素化ピラジン、フッ素化アザナフタレン、フッ素化アザテトラヒドロナフタレンまたはフッ素化アザフェナントレンである、請求項1に記載のアクティブマトリックスディスプレイ。

【請求項3】 A^3 が、下記基である、請求項1に記載のアクティブマトリックスディスプレイ：

【化2】



【請求項4】 $s m C^*$ 相の層法線 z とネマティックまたはコレステリック相 (N^* 相) の配向方向 n とが、 $s m C^*$ チルト角の $0.5 \sim 1.0$ 倍の範囲にある、請求項1、2または3のいずれかに記載のアクティブマトリックスディスプレイ。

【請求項5】 強誘電性液晶層が下記相配列を有し：



ここで、 2^* よりも大きくない存在範囲を有する $s m A^*$ が、 N^* 相と $s m C^*$ 相との間に存在することができる、請求項1～4のいずれかに記載のアクティブマトリックスディスプレイ。

【請求項6】 強誘電性液晶媒体の自発分極値が、 $25 \text{ nC} / \text{cm}^2$ よりも小さい、請求項1～5のいずれかに記載のアクティブマトリックスディスプレイ。

【請求項7】 液晶層のカイラルネマティックまたはコレステリックピッチの長さが、スメクティック相転移温度以上少なくとも 2°C の温度範囲内で $50 \mu\text{m}$ よりも長い、請求項1～6のいずれかに記載のアクティブマトリックスディスプレイ。

【請求項8】 請求項1～7のいずれかに記載のアクティブマトリックスディスプレイの製造方法であって、アクティブマトリックスディスプレイのラビングした上方基板とラビングした下方基板との間の空隙に、液晶層を導入し、ここで上記上方基板のラビング方向および上記下方基板のラビング方向とは基本的に平行であり、次いでこの液晶相をアイソトロピック相から冷却させることを含み、ここで少なくとも $N^* \rightarrow s m C^*$ または $N^* \rightarrow s m A^* \rightarrow s m C^*$ 相転移中、当該ディスプレイに直流電圧を印加する、前記製造方法。

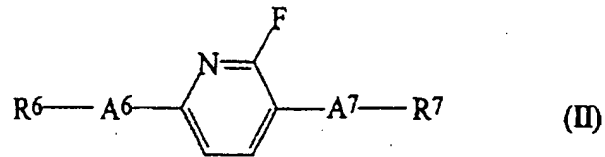
【請求項9】 請求項8に記載の方法により得られるアクティブマトリックスディスプレイ。

【請求項10】TV、HDTVまたはマルチメディア分野における、もしくは情報処理分野、特にノートブック型PC、パーソナルデジタルアシスタントおよびデスクトップモニターにおける、請求項1～7および9のいずれかに記載のアクティブマトリックスディスプレイの使用。

【請求項11】請求項1、2または3のいずれかに定義されている式(I)で表わされる化合物のアクティブマトリックスディスプレイにおける使用。

【請求項12】式(II)で表わされる2-フルオロピリジン化合物：

【化3】



式中、記号および符号は、下記定義のとおりである：

R⁶ および R⁷ は、同一または相違しており、それぞれ炭素原子1～20個を有する直鎖状または分枝鎖状アルキル基（この基は、不斉炭素原子を有するか、または有していない）であり；

A⁶ は、1,4-フェニレン、1,1'-ビフェニル-4,4'-ジイルまたは単結合であり；

A⁷ は、1,4-フェニレン、1,1'-ビフェニル-4,4'-ジイルまたは単結合である、

ただし、

a) A⁶ が1,4-フェニレンである場合、A⁷ は1,4-フェニレンであり

b) A⁶ が単結合である場合、A⁷ は1,1'-ビフェニル-4,4'-ジイルであり、

c) A⁶ が1,1'-ビフェニル-4,4'-ジイルである場合、A⁷ は単結合である。

【発明の詳細な説明】

【0001】

ブラウン管の代わりに平坦なパネル画面を使用するには、低い製造価格で、高い解像力、すなわちライン1000以上の高解像力、高い画像輝度($>200\text{ cd/m}^2$)、大きいコントラスト($>100:1$)、高いフレーム比($>60\text{ Hz}$)、適度の色表示(>1600 万色)、大きい画像構成($>40\text{ cm}$ の画面对角線)、少ない電力消費および広い視野角を同時に達成することを可能にするディスプレイ技術が必要である。現時点で、これらの特性の全部を同時に十分に満たす技術は存在していない。

多くの製造業者が、ネマティック液晶に基づいており、また最近の数年間、ノートブック型PC、パーソナルデジタルアシスタント(personal digital assistants)およびデスクトップモニターなどの分野で使用されている画面を開発した。

【0002】

これらの場合、STN(スーパーツイストネマティック)、AM-TN(アクティブマトリックス-ねじれネマティック)、AM-IPS(アクティブマトリックス-インプレーンスイッチング)およびAM-MVA(アクティブマトリックス-垂直配向されたマルチドメイン)(active matrix-multidomain vertically aligned)の技術が用いられており、これらの技術は、刊行物に広く開示されており、例えば次の刊行物を参照することができる: T.TsukudaによるTFT/LCD:Liquid Crystal Displays Addressed by Thin-Film Transistors, Gordon and Breach, 1996, ISBN 2-919875-01-9、およびこの刊行物中で引用されている刊行物; SID Symposium, 1997, ISSN-0097-966X, 7~10頁、15~18頁、47~51頁、213~216頁、383~386頁、397~404頁およびここに引用されている刊行物。さらにまた、PDP(プラズマディスプレイパネル)(plasma display panel)、PALC(プラズマアドレス液晶)(plasma addressed liquid crystal)、ELD(エレクトロルミネセンスディスプレイ)(electroluminescent display)およびFED(電界放射型ディスプレイ)(field emission display)技術などを使用することもでき、これらの技術はまた、上記で引用したSID報告書で説明されている。

【0003】

クラーク(Clark) およびラガーウォール(Lagerwall) (米国特許 4,367,924) は、非常に薄いセルで強誘電性液晶(FLC)を使用すると、慣用のTN(「ねじれネマティック」)セルに比較して、1000までのファクターで迅速である応答時間を有する光電気駆動素子または表示素子が得られることを証明することができた(例えば、EP-A 0 032 362参照)。このおおよびその他の好ましい性質、例えば双安定駆動の可能性およびコントラストが視野角からほとんど独立しているという事実に基づいて、FLCは基本的に、コンピューターディスプレイおよびテレビジョン受像機などの用途分野に適しており、これは1995年5月からキャノン社(Canon) から日本国で販売されているモニターにより証明されている。

FLCを電気光学部品または完全光学部品で使用するには、スメクティック相を形成し、またそれら自体が光学的に活性である化合物、またはこのようなスメクティック相を形成するが、それら自体が光学活性ではない化合物に、光学活性化合物をドーピングすることによって強誘電性スメクティック相を誘発させるかのどちらかが必要である。この場合、望ましい相は、できるだけ広い温度範囲にわたり安定でなければならず、またこの相は大きい抵抗値および電圧保持特性値を有するべきである。

【0004】

液晶ディスプレイの各画素は通常、ディスプレイの上方側または下方側上に横列(rows)に沿う一連の電極(コンダクタートラック)および縦列(columns)に沿う一連の電極の配置により形成されるx、yマトリックスに配列される。水平(横列)電極と垂直(縦列)電極との交差点が、アドレス可能な画素を形成する。

この画素の配置は通常、受動マトリックス(passive matrix)と称される。アドレスする場合、各種時分割方式が開発されており、例えば Displays, 1993, vol. 1 4, No. 2, 86 ~ 93頁および Kontakte, 1993(2), 3 ~ 14頁に記載されている。受動マトリックスアドレス法は、ディスプレイの製造が簡単であり、従って製造価格が安価であるという利点を有するが、この受動アドレス法は常に、ライン毎に行うことができるのみであるという欠点を有し、その結果として、N本のラインを有する画面全体のアドレス時間は、ラインアドレス時間のN倍を要する。約50ミ

クロ秒の慣用のラインアドレス時間の場合、これは、例えばHDTV標準[高解像度TV(High Definition TV)、ライン1152]の場合、すなわち約1.6Hzの最高フレーム比の場合、移動する画像を表示するには遅すぎる約60ミリ秒の画面アドレス時間を意味する。

【0005】

さらにまた、中間調(gray shades)の表示は、困難である。フランス国、ブレスト(Brest, France)におけるFLC会議の場合において(1997年7月20~24日、Abstract Book 6th International Conference on Ferroelectric Liquid Crystals, Brest/France参照)、ミズタニ(Mizutani)等は、RGB画素(RGB=赤、緑、青)のそれぞれが、サブピクセル(sub-pixel)に分割されており、これにより部分的切換えによって中間調をデジタル形態で表示することが可能にされているデジタル中間調を備えた受動式FLCディスプレイを提供した。三原色(赤、緑、青)を用いると、N中間調は 3^N 色をもたらす。この方法の欠点は、必要な画面ドライバー(drivers)の数が格別に多くなり、従って価格が格別に高くなることにある。ブリストで提示された画面の場合、デジタル中間調を備えていない標準FLCディスプレイが必要としたかなりのドライバーの3倍のドライバーが必要である。

【0006】

アクティブマトリックステクノロジー(AMLCD)と称される技術においては、非構造化基板を通常、アクティブマトリックス基板と組合わせる。電気的に非線型の素子、例えば薄膜トランジスターを、アクティブマトリックス基板の各画素に集積する。この非線型素子はまた、ダイオード、金属-絶縁体-金属および類似素子であることもでき、これらは薄膜処理法により有利に製造することができ、また関連刊行物に開示されている(例えば、T. Tsukuda, TFT/LCD: Liquid Crystal Displays Addressed by Thin-Film Transistors, Gordon and Breach, 1996, ISBN 2-919875-01-9、およびこの刊行物で引用されている文献参照)。

アクティブマトリックスLCDは通常、ネマティック液晶をTN(ねじれネマティック)、ECB(電気制御した複屈折)、VA(垂直配向)またはIPS(イン-プレーンスイッチング)モードで作動させる。各場合、アクティブマトリ

ックスは、各画素上に個別の強度の電場を発生し、配向における変化、従って複屈折値における変化をもたらす、これは次いで分極光中で可視化される。これらの方法の重大な欠点は、ネマティック液晶の過度に遅い応答時間による貧弱な映像能力(video capability)にある。

【0007】

この理由およびその他の理由で、強誘電性液晶材料とアクティブマトリックス素子との組合わせに基づく液晶ディスプレイが提供された(例えば、W097/12355またはFerroelectrics, 1996, 179, 141 ~ 152, W. J. A. M. Hartmann, IEEE Trans. Electron. Devices, 1989, 36, (9; Pt. 1), 1895 ~ 9, および論文、Eindhoven, the Netherlands, 1990参照)。

ハートマン(Hartmann)は、通称、「本棚型配置」(quasi-bookshelf geometry) (QBG) のFLCとTFT(薄膜トランジスタ)アクティブマトリックスとの組合わせを使用し、迅速な応答速度、中間調および高い透過率を同時に達成した。しかしながら、QBGは、スメクティック層厚さの温度依存性が電場誘発層構造を破壊または循環させることから、広い温度範囲にわたる安定性を有していない。さらにまた、ハートマンは、 20 nC/cm^2 よりも大きい自発分極値を有するFLC材料を使用している。これは、例えば 0.01 mm^2 面積の実寸法を有する画素の場合、高電荷を導く(飽和時点で、 $Q = 2AP$ 、 A = 画素面積、 P = 自発分極値)。例えば安価な無定形ケイ素TFTを用いる場合、画素はTFTの動作時間中に、このような高電荷状態に到達することができない。これらの理由で、この技術は、今日まで、引き続いて研究されることはなかった。

【0008】

ハートマンは、ほとんど連続する階調を表示するために、電荷制御した双安定性を利用したが、ニト(Nito)等は、単安定FLC構造を示唆した(Journal of the SID, 1/2, 1993, 163 ~ 169 頁参照)。この場合、FLC材料を、薄膜トランジスタを経る電場の印加により発生する多くの中間相から、単安定位置のみが生じるように、比較的高い電圧を用いることによって配向させる。これらの中間状態は、セル形態が交差偏光板間に合致する場合、多くの相違する輝度値(中間調)に対応する。

しかしながら、この技術の欠点の一つは、このセルのコントラストおよび輝度を制限する筋状構造が、ディスプレイに発生することにある（上記刊行物の図8参照）。この欠点である筋状構造は、ネマティックまたはコレステリック相を高電圧（20～50V）で処理することによって、補正することができるが（上記刊行物 168頁参照）、このような電場処理は、画面の大量生産に適しておらず、また通常、温度安定構造をもたらさない。さらにまた、この方法は、一度のチルト角の最高値までの角度範囲でのみ切換えを生じる。ニト等により使用されている材料の場合、この最高チルト角は約22°であり（165頁、図6）、従って生じる最高透過率は、2枚の平行偏光板の透過率の50%に過ぎない。

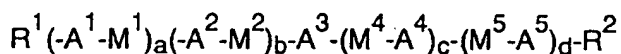
【0009】

本発明の目的は、強誘電性液晶混合物を含有する強誘電性アクティブマトリックス液晶ディスプレイであって、この液晶混合物が単安定位置にあるものと見做されるが、これによる筋状構造の形成を伴うことなく、光および温度安定性であり、また非常に高い最高透過率および非常に大きいコントラストの達成を可能にし、さらにまた、好ましい抵抗値および電圧保持特性値を示さなければならない、強誘電性アクティブマトリックス液晶ディスプレイを提供することにある。

この目的が、本発明に従い、明確に定められた方向にあるsmC*相の層法線z(normal)を有する液晶層をモノドメイン(monodomain)の形態で含有する単安定強誘電性アクティブマトリックスディスプレイであって、層法線zとネマティックまたはコレステリック相(N*相)の配向方向nとが、5°よりも大きい角度を形成しており、当該液晶層は、少なくとも1種の式(I)で表わされる化合物を含有するアクティブマトリックスディスプレイによって達成される：

【0010】

【化4】



式中、

A³ はフッ素化されている単核状、二核状または三核状の窒素含有芳香族基であり、

R^1 および R^2 は、相互に独立して、同一または相違しており、それぞれ水素であるか、または炭素原子2～16個を有するアルキル基またはアルキルオキシ基であり、この基中に存在する1個または2個の $-CH_2-$ 基は、 $-CH=CH-$ 、 $-OC(=O)-$ 、 $-(O=)C-O-$ 、 $-Si(CH_3)_2-$ またはシクロプロパン-1, 2-ジイルにより置き換えられていてもよく、またこの基中に存在する1個または2個以上のH原子は、Fにより置き換えられていてもよいが、ただし R^1 および R^2 は両方ともに、水素であることはできなく、もしくは、 R^1 および R^2 は、基 M^7-R^7 であり、

【0011】

ここで R^7 は、少なくとも1個の不斉炭素原子を有する基であり、この不斉炭素原子は、炭素原子3～16個を有するアルキル基の一部であり、この基中に存在する1～4個、好ましくは1個または2個の $-CH_2-$ 基は、 $-O-$ 、 $-OC(=O)-$ または $-(O=)C-O-$ により置き換えられていてもよく、またこの不斉炭素原子の置換基の1個は、 $-CH_3$ 、 $-CF_3$ 、 $-OCH_3$ 、Cl、CNまたはFでなければならない、

もしくはこの不斉炭素原子は、3員～7員の炭素環の一部であり、この環に存在する1個の $-CH_2-$ 基または隣接していない2個の $-CH_2-$ 基は、 $-O-$ により置き換えられていてもよく、または1個の $-CH_2-$ 基は $-OC(=O)-$ または $-(O=)C-O-$ により置き換えられていてもよく、

M^7 は、不斉炭素原子がアルキル鎖の一部である場合、単結合であり、また不斉炭素原子が R^7 についで定義されている炭素環の一部である場合、単結合、 $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-OC(=O)-$ または $-C(O=)CO-$ であり；

【0012】

A^1 、 A^2 、 A^4 および A^5 は、相互に独立して、同一または相違しており、それぞれ1, 4-フェニレン（この基は未置換であるか、またはFまたはClにより単置換又は二置換されている）、1, 3-フェニレン（この基は未置換であるか、または1個または2個のFにより置換されている）、シクロヘキシー-1-エン-1, 4-ジイル、シクロヘキシー-2-エン-1, 4-ジイル、1-アルキル-1-シラ-シクロヘキサ-1, 4-ジイル、ビスクロ[2, 2, 2]オク

タン-1, 4-ジイル、インダン-2, 6-ジイルまたはナフタレン-2, 6-ジイルであり；

M^1 、 M^2 、 M^4 および M^5 は、相互に独立して、同一または相違しており、それぞれ単結合、 $-OC(=O)-$ 、 $-(O=)C-O-$ 、 $-OCH_2-$ 、 $-CH_2-O-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ または $-C-C-$ であり；

a、b、c および d はそれぞれ、0 または 1 であるが、ただし $1 \leq \{a+b+c+d\} \leq 3$ であり、および相当する指数が 0 である場合、 $(A^x - M^x)$ は単結合である。

【0013】

本発明のアクティブマトリックスFLCDは、光学活性層として、下記相配列

アイソトロピック-ネマティックまたはコレステリック(N^*)-
スメクティック C^*

または下記相配列：

アイソトロピック-ネマティックまたはコレステリック(N^*)-
スメクティック A^* -スメクティック C^*

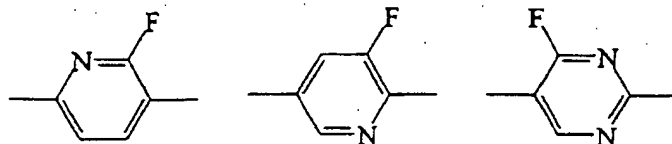
を有し、ここでスメクティックA相は、2Kよりも大きくない、好ましくは1Kよりも大きくない、特に好ましくは0.5Kよりも大きくない幅を有する、強誘電性液晶媒体を含有する。上記相に付けられている星印(*)は、カイラル相を表わす。

フッ素化窒素含有芳香族は好ましくは、フッ素化ピリジン、フッ素化ピリミジン、フッ素化ピラジン、フッ素化アザナフタレン、フッ素化アザテトラヒドロナフタレンまたはフッ素化アザフェナントレンである。

【0014】

下記種類のフッ素化窒素含有芳香族基は、特に好ましいものとして挙げられる

【化5】



本発明のアクティブマトリックスFLCDの液晶媒体は、好ましくは1種または2種以上のフッ素化窒素含有芳香族を0.05～80%、特に好ましくは1種または2種以上のフッ素化窒素含有芳香族を5～70%の割合で含有する。

【0015】

このディスプレイは好ましくは、アクティブマトリックスディスプレイのラビングした上方基板とラビングした下方基板との間の空隙に、液晶層を導入し、ここで上記上方基板のラビング方向と上記下方基板のラビング方向とは基本的に平行であり、次いでこの液晶相をアイソトロピック相から冷却させることを包含し、ここで少なくとも $N^* \rightarrow smC^*$ または $N^* \rightarrow smA^* \rightarrow smC^*$ 相転移中、当該ディスプレイに直流電圧を印加する方法によって製造する。

このようなFLC混合物を、アクティブマトリックスディスプレイに充填する。このタイプのAMディスプレイの製造および構成部品は、上記で引用したツクダ(Tsukuda)の刊行物に、詳細に開示されている。しかしながら、ネマティックディスプレイとは異なり、FLC層の厚みは、僅かに0.7～2.5 μm 、好ましくは1～2 μm である。さらにまた、上方基板のラビング方向と下方基板のラビング方向とは、実質的に平行である。「実質的に平行」の用語は、逆平行ラビング方向、または僅かに、すなわち10°まで交差しているラビング方向を包含する。

【0016】

このディスプレイを動作させる場合に重要なことは、ディスプレイ製造における制御冷却期間中、好ましくは5Vよりも低い直流電流を印加し、 $N^* \rightarrow smC^*$ または $N^* \rightarrow smA^* \rightarrow smC^*$ 相転移期間中、これを維持することにある。これは、ディスプレイ全体が、交差偏光板間で完全に暗くみえる単安定モノドメインにあると見做される結果をもたらす。

このドメインが得られた時点で、直流電流のスイッチを切る。このようにして

得られた構造は、上記で引用したハートマンの試作に反して、または慣用の双安定FLCDに反して、単安定である。このことは、好適 n -配向方向（これは、分子縦軸の配向方向を示す）が、セルのラビング方向であるのに対して、 z -配向方向（これは、液晶層に対するスメクティック層法線の配向方向を示す）は、ほぼチルト角値によって、ラビング方向に対して傾斜していることを意味する。この配置は、 z -配向方向がラビング方向にあるクラークおよびラガーウォルによる通常の双安定セルとは、全く相反する。

【0017】

ニトの試作に反して、これはまさに、上記の望ましくない筋状構造を究極的にもたらす二本の層法線が存在しておらず、従って2種のドメインが存在していない配向が正確に存在するが、 z -配向方向の一つのみの疑いの余地のない方向、すなわち一つのみモノドメインが存在する配向である。さらにまた、ここでは、2倍のチルト角を得ることができ、これは平行偏光板に基づき100%透過率を導く、すなわち2倍の輝度が得られる。

このようにして得られるディスプレイは、交差偏光板間で適当な回転角度において完全に暗く見える。数ボルトのみの駆動電圧を印加するだけで、このディスプレイは明るく見え、この輝度は、電圧により連続的に変化し、飽和時点で、ほとんど2枚の平行偏光膜の輝度に達する。このネマティック（またはコレステリック）相の配向方向と層法線（ z -配向方向）との間の角度は理想的である、すなわち好ましくは、スメクティック相のチルト角に等しいか、またはこのチルト角に少なくとも基本的に等しい。本発明の目的にかかわり、「実質的に」の用語は、好ましくはチルト角の半分から全部までの範囲、特に好ましくはチルト角の0.8~1倍で、少なくとも5°を意味する。

【0018】

本発明による強誘電性アクティブマトリックス液晶ディスプレイは、高透過率、短い応答時間、階調および従ってフルカラー能力、安い製造価格および広い温度範囲を組合わせて有することから、特にTVおよびHDTVに、もしくはマルチメディアに、特別に非常に有用である。さらにまた、このディスプレイは、 ≤ 10 ボルト、好ましくは ≤ 8 V、特に好ましくは ≤ 5 Vの電圧で動作させること

ができる。

本発明によるアクティブマトリックスFLCDの自発分極値は、ディスプレイの動作温度で、一般に 20 nC/cm^2 よりも小さく、好ましくは 15 nC/cm^2 よりも小さく、さらに好ましくは $0.01 \sim 10 \text{ nC/cm}^2$ の範囲にある。

液晶層のカイラルネマティックまたはコレステリックピッチの長さは、好ましくはスメクティック相転移温度以上の少なくとも 5°C 以上の温度範囲内で $50 \mu\text{m}$ よりも長く、または N^* 相の存在範囲が 5°C よりも低い場合、この存在範囲の少なくとも80%の温度範囲内で、 $50 \mu\text{m}$ よりも長い。

【0019】

このディスプレイは、例えばTV、HDTVまたはマルチメディア分野で、もしくは情報処理分野、例えばノートブック型PC、パーソナルデジタルアシスタントまたはデスクトップモニターで使用することができる。

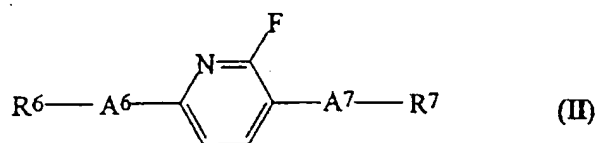
特に、本明細書で用いられているものとして、「アクティブマトリックスディスプレイ」の用語は、例えばワルバ(D.M.Walba)により Science, 270, 250~251 (1993) または <http://www.displaytech.com> に記載されているように、2枚の基板のうちの1枚の代わりに、ICチップ(IC=集積回路)の裏面を使用したLCDを包含する。

フッ素化窒素含有芳香族は、冒頭に起債した要件に適合し、従ってアクティブマトリックスFLCD用の高抵抗強誘電性液晶混合物の成分として使用するのに適することが見出された。

【0020】

本発明はまた、式(II)で表わされる2-フルオロピリジン誘導体を提供する：

【化6】



式中、記号および符号は、下記定義のとおりである：

R^6 および R^7 は、同一または相違しており、それぞれ炭素原子 1～20 個を有する直鎖状または分枝鎖状アルキル基（この基は、不斉炭素原子を有するか、または有していない）であり、

A^6 は、1, 4-フェニレン、1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジイルまたは単結合であり、

【0021】

A^7 は、1, 4-フェニレン、1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジイルまたは単結合である、

ただし、

a) A^6 が 1, 4-フェニレンである場合、 A^7 は 1, 4-フェニレンである

b) A^6 が単結合である場合、 A^7 は 1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジイルである、

c) A^6 が 1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジイルである場合、 A^7 は単結合である。

式 (I I) 中の記号および符号は、好ましくは下記定義のとおりである：

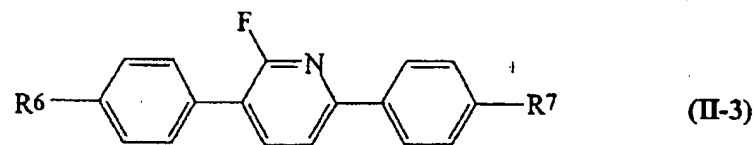
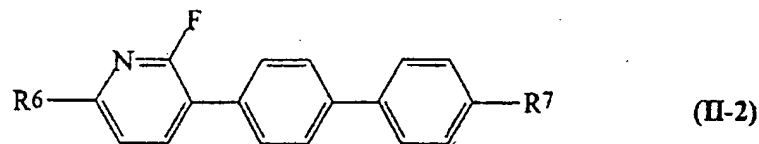
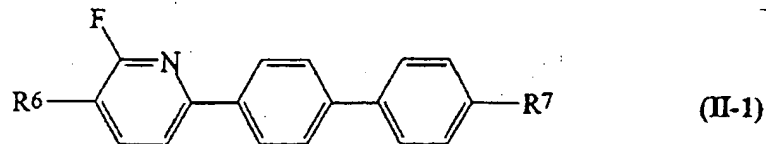
A^6 および A^7 は好ましくは、同一または相違しており、それぞれ炭素原子 3～18 個を有する直鎖状または分枝鎖状アルキル基である；

R^6 および R^7 は特に好ましくは、同一または相違しており、それぞれ炭素原子 5～16 個を有する直鎖状アルキル基である。

下記式 (I I-1)～(I I-3) で表わされる化合物は、特に好ましい化合物として挙げられる：

【0022】

【化7】



【 0 0 2 3 】

各式中、 R^6 および R^7 は、上記意味および好適意味を有する。

本発明の混合物の製造方法は、原則的に公知である：

フッ素化ピリジン類について、例えば JP-B-2079059、US 5,389,291、US 5,630,962、US 5,445,763 DE-A 4427199。

フッ素化ピリミジン類について、例えば US 5,344,585、EP-B 0158137。

フッ素化ピラジン類について、例えば US 5,562,859。

フッ素化アザナフタレン類、フッ素化アザテトラヒドロナフタレン類およびフッ素化アザフェナントレン類 (I d) について、例えば DE-A 19517056、DE-A 19517060、DE-A 19653009、DE-A 19538404。

— 【 0 0 2 4 】 —

下記の例は、本発明を例示するものである。

(例)

例 1

アクティブマトリックスディスプレイ用の強誘電性液晶混合物の成分として使用される本発明の化合物の特別の適性は、本発明の化合物を強誘電性液晶混合物の成分として示唆されている別種の化合物と比較して試験する下記測定により証明される。

下記成分の抵抗値を、適当な測定装置を用いて測定する。

a) 2-(4-オクチルオキシフェニル)-5-オクチルピリミジン

(この化合物は、DD-WP 95892 に従い合成され、Nagashima 等による Liq.C
rystals, 1997, vol. 4, 537~546 頁に従い精製される)

b) 5-ブチルオキシ-2-[4-(オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニル)フェニル]ピリミジン

(この化合物は、EP-B 0332006に従い合成/精製される)

【0025】

c) 2-オクチル-6-(5-ノニルピリミジン-2-イル)インダン

(この化合物は、EP-B 546338 に従い合成/精製される)

d) 式(Ia1)に従う化合物、

6-(4-シクロヘキシルフェニル)-2-フルオロ-3-(4-オクチルオ
キシフェニル)ピリジン

(この化合物は、US 5,630,962に従い合成/精製される)

e) 式(Ib1)に従う化合物、

4-フルオロ-5-オクチルオキシ-(2,4-オクチルオキシフェニル)ピ
リミジン

(この化合物は、US 5,344,585に従い合成/精製される)

【0026】

【表1】

表1

	a	b	c	d	e
抵抗値 [TオーM]	0.2	0.3	0.7	1.9	2.4

表1は、本発明による材料を用いることによって、標準動作により、より大きい抵抗値が得られ、従って好ましい電圧保持特性を有する混合物が得られることから、アクティブマトリックスディスプレイ用の強誘電性液晶混合物の形成における本発明による化合物の特別の適性を証明している。

この強誘電性液晶混合物は、本発明による化合物から独占的に、またはFLC

混合物に慣用の別種の成分と混合することによって、得ることができる。

【0027】

例2

下記成分からなる〔重量％〕カイラルスメクティック液晶混合物を、化合物2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)-3-(4-ペンチルフェニル)ピリジン20％と混合すると、相配列I82.0-78.1N*68.6Sc*を有するカイラルスメクティック液晶混合物が得られる：

2-(4-デシルオキシフェニル)-5-オクチル ピリミジン	12.6%
2-(4-オクチルオキシフェニル)-5-オクチル ピリミジン	15.9%
2-(4-ヘキシルオキシフェニル)-5-オクチル ピリミジン	16.5%
2-(2,3-ジフルオロ-4-ヘプチルオキシフェ ニル)-5-ノニルピリミジン	7.0%
2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェ ニル)-5-ノニルピリミジン	7.0%
2-(2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフェニル) -5-ノニルピリミジン	7.0%
2-(4-プロピルビフェニル-4-イル)-5- オクチルピリミジン	12.5%
4-(9-オクチルオキシピリミジン-2-イル) フェニル (2R, 3R)-3-プロピルオキシラン カルボキシレート	1.5%

【0028】

この混合物を、試験セルでその電気光学性質について試験する。この試験セルは、1.3 μ m(マイクロメーター)、インジウムスズ酸化物(ITO)電極の電極間隔を有し、日立化学社(Hitachi Chemicals)から入手できるLQT-120配向膜を備えている。

最初に、透過率／電圧様相を測定する。この目的には、充填した試験セルを、冷却により配向させ、 $80^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で3ボルトの直流電圧を印加する。これにより、偏光顕微鏡において、最適回転角度で交差偏光板間で完全に暗く見える単安定モノドメインが形成される。ここで、このセルの電気光学的挙動を、単極および矩形波アドレスパルスを用いて評価する。

最初に、10ms持続の単極電圧パルスを印加し、次いで透過率を電圧の関数として測定する。 30°C において、下記の結果が得られる：

【0029】

【表2】

電圧 [V]	透過率[2枚の平行偏光板の透過率の%]
0	0
1	3.4
1.5	7.6
2	13.8
2.5	23.6
3	43.4
3.5	60.6
4	67
5	72
8	77
10	78.6

【0030】

この測定により、約 54.1° のチルト角(2θ 、 $\pm 20\text{V}$ 、 60Hz)および 10.9° の配向方向nからの層法線zの差 Δ が得られる。

例3

例2の混合物と類似する混合物であるが、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)-3-(4-ベンチルフェニル)ピリジンの代わりに、2-フルオロ-6-(4-オクチルオキシフェニル)ピリジン-3-イル オクタノエート20%を含有する混合物は、下記測定値を示し、また約 60.5° のチルト角(2θ)

、 $\pm 20\text{V}$ 、 60Hz) および 22.5° の Δ および $169.8-67.8\text{N}^\circ$
 58.7Sc° の相配列を示す:

【0031】

【表3】

電圧 [M]	透過率[2枚の平行偏光板 の透過率の%]
0	0
1	2.4
1.5	14.8
2	32.2
2.5	46
3	52.4
3.5	56.2
4	59
5	62.6
8	70.2
10	74.2

【0032】

例4

例2の混合物と類似する混合物であるが、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)-3-(4-ベンチルフェニル)ピリジンの代わりに、3-デシル-2-フルオロ-6-(4-オクチルオキシフェニル)ピリジン20%を含有する混合物は、下記測定値： $168.0-66.0\text{N}^\circ$ 60.0Sc° の相配列、および 51.3° のチルト角 (2Θ 、 $\pm 20\text{V}$ 、 60Hz) および約 16.1° の Δ を示す:

【0033】

【表4】

電圧 [V]	透過率[2枚の平行偏光板 の透過率の%]
0	0
1	11.4
1.5	19.2
2	32.8
2.5	49.4
3	59
3.5	63.6
4	65.8
5	69
8	72.4
10	73

【0034】

例5

例2の混合物と類似する混合物であるが、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)-3-(4-ベンチルフェニル)ピリジンの代わりに、4-(3-フルオロ-5-オクチルオキシピリジン-2-イル)フェニル トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボキシレート20%を含有する混合物は、18.4、7-82.3N・50.7Sc・の相配列、5.4°のΔ値および2枚の平行偏光板の透過率の約70%(5V、60Hz)の透過率を示す。

これらの例は、本発明によるディスプレイの連続階調を証明している。

【0035】

例6

2-フルオロ-3-ノニル-6-(4-ヘプチル-1,1'-ビフェン-4-イル)ピリジン

4-ヘプチルビフェニル-4-イルホウ酸[159381-67-6] 16.2g、2-ブロモ-6-フルオロピリジン8.8g、炭酸ナトリウム10.6g、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(O)0.6g、トルエン500ml、エタノール250mlおよび水125mlの混合物を、反応が完了するまで還

流させる。この混合物を冷却させ、相を分離させ、この有機層を洗浄し、乾燥させ、次いで減圧で蒸発乾燥させる。カラムクロマトグラフィ（シリカゲル；ジクロロメタン／ヘプタン 1 : 1）およびヘプタンからの再結晶により精製した後、2-フルオロ-6-(4-ヘプチルビフェニル-4-イル)ピリジン 11.3 g を、m. p. 117℃、c l. p. 135℃の無色結晶として得る。

【0036】

この生成物 10.7 g のテトラヒドロフラン 250 ml 中の溶液を、-60℃よりも低い温度で、1.1 当量のリチウムジイソプロピルアミド（テトラヒドロフラン中）に滴下して添加する。次いで、テトラヒドロフラン 20 ml 中のペラルゴンアルデヒド 6.8 g の溶液を添加し、この反応混合物を一夜かけて室温にする。この混合物を、氷水／塩酸 1 リットルにより加水分解し、次いで *tert*-ブチルメチルエーテルで抽出し、この抽出液を飽和塩化ナトリウム溶液で洗浄し、次いで減圧で蒸発乾燥させる。1-[2-フルオロ-6-(4-ヘプチルビフェニル-4-イル)ピリジン-3-イル]ノナン-1-オール 残留物を、トルエン 300 ml および 4-トルエンスルホン酸水化物 0.4 g と混合し、次いで加熱し、反応からの水を共沸により分離する；蒸留による溶媒の除去およびカラムクロマトグラフィ（シリカゲル；ヘプタン／ジクロロメタン 2 : 1）による精製後、1-[2-フルオロ-6-(4-ヘプチルビフェニル-4-イル)ピリジン-3-イル]ノナン-1-エン 5.3 g が得られる。

【0037】

この物質をテトラヒドロフラン 150 ml に溶解し、パラジウム（10% / C）0.5 g と混合し、次いで室温および大気圧において水素添加する。濾過、蒸留による溶媒の除去、クロマトグラフィ（シリカゲル；ヘプタン／ジクロロメタン 1 : 1）による精製およびアセトニトリルからの再結晶後、表題の化合物 3.4 g が得られる；相配列：X87S；94S；132Sc163I。

同様の方法で、下記化合物を得ることができる：

2-フルオロ-3-ノニル-6-(4-ペンチル-1,1'-ビフェニ-4-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-(4-ヘキシル-1,1'-ビフェニ-4-イル)-3

－ノニルビリジン；

2－フルオロ－3－ノニル－6－（4－オクチル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－3－オクチル－6－（4－ペンチル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

【0038】

2－フルオロ－6－（4－ヘキシル－1，1－ビフェン－4－イル）－3－オクチルビリジン；

2－フルオロ－6－（4－ヘプチル－1，1－ビフェン－4－イル）－3－オクチルビリジン；

2－フルオロ－3－オクチル－6－（4－オクチル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－3－ヘプチル－6－（4－ペンチル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－3－ヘプチル－6－（4－ヘキシル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－3－ヘプチル－6－（4－ヘプチル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－3－ヘプチル－6－（4－オクチル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

【0039】

2－フルオロ－3－ヘプチル－6－（4－ノニル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－3－ヘキシル－6－（4－ペンチル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－3－ヘキシル－6－（4－ヘキシル－1，1－ビフェン－4－イル）ビリジン；

2－フルオロ－6－（4－ヘプチル－1，1－ビフェン－4－イル）－3－ヘキシルビリジン；

2-フルオロ-3-ヘキシル-6-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ピリジン;

2-フルオロ-3-ヘキシル-6-(4-ノニル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ピリジン;

2-フルオロ-6-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)-3
-ベンチルピリジン;

【0040】

2-フルオロ-6-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)-3
-ベンチルピリジン;

2-フルオロ-6-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)-3
-ベンチルピリジン;

2-フルオロ-6-(4-ノニル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)-3-
ヘキシルピリジン;

3-デシル-2-フルオロ-6-(4-ベンチル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ピリジン;

3-デシル-2-フルオロ-6-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ピリジン;

3-デシル-2-フルオロ-6-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ピリジン;

3-デシル-2-フルオロ-6-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ピリジン;

3-デシル-2-フルオロ-6-(4-ノニル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ピリジン.

【0041】

例7

2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-ノニルフェニル)
ピリジン

4-ノニルフェニルホウ酸

マグネシウム0.55molおよび1-ブロモ-4-ノニルベンゼン0.37

m o l から製造したグリニヤール化合物の乾燥テトラヒドロフラン5-50 m l 中の溶液を、0℃で保護気体雰囲気下に、乾燥テトラヒドロフラン400 m l 中のトリメチルホウ酸エステル0.4 m o l の溶液に、滴下して添加する。この混合物を、この温度でさらに2.5時間、攪拌する。次いで、10%強度塩酸600 m l を添加し、生成する混合物を室温で30分間、攪拌する。塩化ナトリウム120 g の添加後、この反応混合物をtert-ブチルメチルエーテルで抽出し、有機抽出液を集め、飽和塩化ナトリウム溶液で洗浄し、次いで硫酸マグネシウムを用いて乾燥させる。溶媒を減圧で除去し、この粗生成物をアセトニトリルから再結晶させ、4-ノニルフェニルホウ酸72 g (79%)を得る。

【0042】

同様の方法で、下記化合物を得ることができる：

- 4-プロピルフェニルホウ酸 [134150-01-9]；
- 4-ブチルフェニルホウ酸 [145240-28-4]；
- 4-ペンチルフェニルホウ酸 [121219-12-3]；
- 4-ヘキシルフェニルホウ酸 [105365-50-2]；
- 4-ヘプチルフェニルホウ酸；
- 4-オクチルフェニルホウ酸 [133997-05-4]；
- 4-デシルフェニルホウ酸 [170981-25-6]；
- 4-ウンデシルフェニルホウ酸 [210368-94-8]；
- 4-ドデシルフェニルホウ酸 [206763-93-1]。

【0043】

2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン

トルエン400 m l 中の2-ブロモ-6-フルオロピリジン232 m m o l の溶液を、室温において、4-ノニルフェニルホウ酸290 m m o l 、エタノール200 m l 、水200 m l 中の炭酸ナトリウム464 m m o l の溶液およびテトラギス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(O)2.3 m m o l と混合する。この混合物を、3.5時間、加熱沸騰させる。冷却後、相を分離させ、この水性相をジクロロメタンで抽出し、有機層を集め、次いで硫酸マグネシウムを用いて乾燥させる。溶媒を減圧で除去し、この粗生成物をシリカゲル60上で溶離液

としてn-ヘプタン/ジクロロメタン1:1を用いるカラムクロマトグラフィおよびアセトニトリル/アセトン5:1からの再結晶により精製し、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン63g(91%)を得る。

【0044】

同様の方法で、下記化合物を得ることができる：

2-フルオロ-6-(4-プロピルフェニル)ピリジン；

6-(4-ブチルフェニル)-2-フルオロピリジン；

2-フルオロ-6-(4-ペンチルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-6-(4-ヘキシルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-6-(4-ヘプチルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-6-(4-オクチルフェニル)ピリジン [155466-91-4]；

6-(4-デシルフェニル)-2-フルオロピリジン；

6-(4-ウンデシルフェニル)-2-フルオロピリジン；

6-(4-ドデシルフェニル)-2-フルオロピリジン。

【0045】

2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸

乾燥THF500ml中の2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン100mmolの溶液を、-70℃で保護気体雰囲気下に、乾燥テトラヒドロフラン100ml中のリチウムジイソプロピルアミド110mmolの溶液に、滴下して添加する。この混合物を、この温度でさらに4時間、攪拌する。乾燥テトラヒドロフラン40ml中のトリメチルホウ酸エステル200mmolの溶液を次いで、-60℃よりも低い温度で滴下して添加する。この反応混合物を次いで、室温までゆっくりと温め、次いで氷冷却しながら、水60mlおよび濃塩酸20mlの溶液と混合し、次いで室温でさらに1時間、攪拌する。この反応混合物を、tert-ブチルメチルエーテルで抽出し、有機抽出液を集め、水および飽和塩化ナトリウム溶液で洗浄し、次いで硫酸ナトリウムを用いて乾燥させ、次いで溶媒を減圧で除去する。この粗生成物をn-ヘプタン/アセトン4:1から結晶化させ、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸19.8g(58%)を得る。

【0046】

同様の方法で、下記化合物を得ることができる：

2-フルオロ-6-(4-プロピルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸

6-(4-ブチルフェニル)-2-フルオロピリジン-3-ホウ酸

2-フルオロ-6-(4-ペンチルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸

2-フルオロ-6-(4-ヘキシルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸

2-フルオロ-6-(4-ヘプチルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸

2-フルオロ-6-(4-オクチルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸

6-(4-デシルフェニル)-2-フルオロピリジン-3-ホウ酸

6-(4-ウンデシルフェニル)-2-フルオロピリジン-3-ホウ酸

6-(4-ドデシルフェニル)-2-フルオロピリジン-3-ホウ酸。

【0047】

トルエン90ml中の1-ブロモ-4-ペンチルベンゼン40mmolの溶液を、室温において、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸44mmol、エタノール45ml、水45ml中の炭酸ナトリウム80mmolの溶液およびテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(O)0.4mmolと混合する。この混合物を、5時間、加熱沸騰させる。冷却後、相を分離させ、この水性相をtert-ブチルメチルエーテルで抽出し、有機相を集め、水および飽和塩化ナトリウム溶液で洗浄し、次いで硫酸マグネシウムを用いて乾燥させる。溶媒を次いで、減圧で除去し、この粗生成物をシリカゲル60上で溶離液としてn-ヘプタン/ジクロロメタン1:1を用いるカラムクロマトグラフィおよびアセトニトリル/アセトン1:1からの再結晶により精製し、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)-3-(4-ペンチルフェニル)ピリジンを得る。

【0048】

トルエン155ml中の1-ブロモ-4-ヘプチルベンゼン48mmolの溶液を、室温において、2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン-3-ホウ酸48mmol、エタノール77ml、水77ml中の炭酸ナトリウム96mmolの溶液およびテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(O)

0.5 mmol と混合する。この混合物を、7時間、加熱沸騰させる。冷却後、相を分離させ、この水性相をtert-ブチルメチルエーテルで抽出し、有機相を集め、水および飽和塩化ナトリウム溶液で洗浄し、次いで硫酸ナトリウムを用いて乾燥させる。溶媒を次いで、減圧で除去し、この粗生成物をシリカゲル60上で溶離液としてn-ヘプタンを用いるカラムクロマトグラフィおよびアセトンからの再結晶により精製し、2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン8.9g(39%)を得る；X42S3 56Sc 136.1SA 136.7N137I。

【0049】

同様の方法で、下記化合物を得ることができる：

2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)-3-(4-ベンチルフェニル)ピリジン；X45S3 39S2 44Sc 127N140I；

2-フルオロ-3-(4-ヘキシルフェニル)-6-(4-ノニルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-6-(4-ノニルフェニル)-3-(4-オクチルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-3,6-ビス-(4-ノニルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-オクチルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-ヘプチルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-ヘキシルフェニル)ピリジン；

【0050】

2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-ベンチルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-ブチルフェニル)ピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘプチルフェニル)-6-(4-プロピルフェニル)

) ビリジン;

2-フルオロ-3-(4-ノニルフェニル)-6-(4-ベンチルフェニル)

ビリジン;

2-フルオロ-3-(4-ノニルフェニル)-6-(4-ヘキシルフェニル)

ビリジン;

2-フルオロ-3-(4-ノニルフェニル)-6-(4-ヘプチルフェニル)

ビリジン;

2-フルオロ-3-(4-ノニルフェニル)-6-(4-オクチルフェニル)

ビリジン;

2-フルオロ-3-(4-ノニルフェニル)-6-(4-ノニルフェニル)ビ

リジン;

2-フルオロ-3-(4-ノニルフェニル)-6-(4-デシルフェニル)ビ

リジン。

【0051】

例8

2-フルオロ-6-ノニル-3-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4-
-イル)ビリジン

この化合物は、例1に記載のスズキの反応で、4-ブロモ-4'-ヘプチルビフェニル[58573-93-6]および2-フルオロ-6-ノニルビリジン-3-イルホウ酸[この化合物は、2-フルオロ-6-ノニルビリジンから、例1に記載の金属化および例2に記載のトリメチルホウ酸エステルを用いる反応の静止により製造され、この2-フルオロ-6-ノニルビリジンは、2-ブロモ-6-フルオロビリジンを、トリエチルアミン中で触媒としてビス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(II)クロライド、ヨウ化銅(I)およびトリフェニルホスフィンを用いて、1-ノニンと反応させ、1-(2-フルオロビリジン-6-イル)ノインを生成させ、次いでテトラヒドロフラン中で室温および大気圧において、パラジウム触媒(10%/C)を用いて水素添加することによって得られる]から得ることができる。仕上げ処理および精製は、例1に記載のとおりに行う。

【0052】

同様の方法で、下記化合物を得ることができる：

2-フルオロ-6-ノニル-3-(4-ペンチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)-6-ノニルピリジン；

2-フルオロ-6-ノニル-3-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-オクチル-3-(4-ペンチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)-6-オクチルピリジン；

2-フルオロ-3-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)-6-オクチルピリジン；

【0053】

2-フルオロ-6-オクチル-3-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-ヘプチル-3-(4-ペンチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-ヘプチル-3-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-ヘプチル-3-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-ヘプチル-3-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-ヘプチル-3-(4-ノニル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

2-フルオロ-6-ヘキシル-3-(4-ペンチル-1, 1'-ビフェン-4'-イル)ピリジン；

【0054】

2-フルオロ-6-ヘキシル-3-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン;

2-フルオロ-3-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4-イル)-6-ヘキシルピリジン;

2-フルオロ-6-ヘキシル-3-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン;

2-フルオロ-6-ヘキシル-3-(4-ノニル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン;

2-フルオロ-3-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4-イル)-6-ペンチルピリジン;

2-フルオロ-3-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4-イル)-6-ペンチルピリジン;

2-フルオロ-3-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4-イル)-6-ペンチルピリジン;

【0055】

2-フルオロ-3-(4-ノニル-1, 1'-ビフェン-4-イル)-6-ペンチルピリジン;

6-デシル-2-フルオロ-3-(4-ペンチル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン;

6-デシル-2-フルオロ-3-(4-ヘキシル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン;

6-デシル-2-フルオロ-3-(4-ヘプチル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン;

6-デシル-2-フルオロ-3-(4-オクチル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン;

6-デシル-2-フルオロ-3-(4-ノニル-1, 1'-ビフェン-4-イル)ピリジン。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 C09K19/02 G02F1/141 C09K19/34 C07D213/61		International Application No. PCT/EP 99/03935
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 C09K G02F C07D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 97 04039 A (HOECHST AG ;NONAKA TOSHIKI (JP); TAKEICHI AYAKO (JP); LI JI (JP);) 6 February 1997 (1997-02-06) page 1, line 1 - line 17 examples 4,9-12,14-19	1-3,6, 10-12
A	WO 92 11241 A (HOECHST AG) 9 July 1992 (1992-07-09) cited in the application claims 1,6,9; examples 11-15	1,12
A	EP 0 475 444 A (HOECHST AG) 18 March 1992 (1992-03-18) cited in the application example of use 1	1,12
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 7 October 1999		Date of mailing of the international search report 20/10/1999
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-2018		Authorized officer Puetz, C

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 Int'l. Application No. —
 PCT/EP 99/03935

C. (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 92 09576 A (MERCK PATENT GMBH) 11 June 1992 (1992-06-11) cited in the application page 18, line 25 claims 1,11; example 10	1,12
A	NITO ET AL.: "novel surface stabilized monostable ferroelectric LCD" JOURNAL OF THE SID, vol. 1, no. 2, June 1993 (1993-06), pages 163-169, XP002117907 cited in the application the whole document	1

Form PCT/ISA/218 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int: lonal Application No

PCT/EP 99/03935

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9704039 A	06-02-1997	JP 9031459 A	04-02-1997
		JP 9183973 A	15-07-1997
		CN 1214073 A	14-04-1999
		EP 0839173 A	06-05-1998
		WO 9724351 A	10-07-1997
		EP 0883618 A	16-12-1998
WO 9211241 A	09-07-1992	DE 4111461 A	15-10-1992
		EP 0563146 A	06-10-1993
		EP 0930301 A	21-07-1999
		JP 7116152 B	13-12-1995
		JP 5509109 T	16-12-1993
		US 5630962 A	20-05-1997
EP 0475444 A	18-03-1992	DE 4029165 A	19-03-1992
		DE 59109140 D	19-08-1999
		JP 4331285 A	19-11-1992
		US 5344585 A	06-09-1994
WO 9209576 A	11-06-1992	AU 8869091 A	25-06-1992
		DE 4137433 A	11-06-1992
		EP 0513262 A	19-11-1992
		JP 5503301 T	03-06-1993
		US 5389291 A	14-02-1995

1-2-26 201 美

(36)

特表2002-51759.7

フロントページの続き

(72)発明者 野中 敏章

埼玉県入間市下藤沢1314-3-206

Fターム(参考) 2H088 JA05 JA09 JA14 JA17 MA02

MA20

4C055 AA01 BA03 BA08 BA39 BB02

CA02 CA06 CA08 CB02 DA01

4H027 BA06 BC04 BD12 BD18 BE04

DB05 DC05 DE01 DE02 DE05

DF01 DF05

*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] smC* which tends to be defined clearly The above-mentioned active matrix display with which it is the monostable ferroelectricity active matrix display which contains a liquid-crystal layer with the gestalt of the mono-domain which has the layer normal z of a phase, as for the layer normal z and pneumatic ****, the direction n of orientation of a cholesteric phase (N* phase) forms the larger include angle than 5 degrees, and the liquid-crystal layer concerned contains the compound expressed with at least one sort of formulas (I): It is [Formula 1].

inside of a formula A3 the nitrogen content aromatic series radical of the shape of the shape of a single nucleus fluorinated, the shape of 2 nuclei, and 3 nuclei -- it is -- R1 And R2 It becomes independent mutually. It is different and [the same or] [whether it is hydrogen, respectively and] Or one piece or two -CH₂-radicals which are the alkyl group or alkyloxy radical which has 2-16 carbon atoms, and exist in this radical - It may be replaced by CH=CH-, -OC(=O)-, -(O=) C-O-, -Si(CH₃)₂- or a cyclopropane -1, and 2-diyl. Moreover, one piece or two H atoms or more which exist in this radical although it may be replaced by F -- R1 [however,] And R2 Both cannot be hydrogen. R1 And R2 Radical M7-R7 it is -- here -- R7 It is the radical which has at least one asymmetric carbon atom. This asymmetric carbon atom 1-4 -CH₂-radicals which are a part of alkyl groups which has 3-16 carbon atoms, and exist in this radical again It may be replaced by O-, -OC(=O)-, or -(O=) C-O-. - One [moreover,] of the substituent of this asymmetric carbon atom - They must be CH₃, -CF₃, -OCH₃, and Cl, F or CN. Or this asymmetric carbon atom One -CH₂-radical or two -CH₂-radicals which do not adjoin which are a part of rings of 3 member - 7 member, and exist in this ring again It may be replaced by O-. - Or one -CH₂-radical - OC(=O) it replaces by - or -(O=) C-O- having -- **** -- M7 When asymmetric carbon atoms are some alkyl chains, it is single bond, and an asymmetric carbon atom is R7. When it is a part of ring defined just, they are single bond, -OCH₂-, -CH₂ O-, -OC(=O)-, or -C(O=) CO-;

A1, A2, and A4 And A5 Or different it becomes independent mutually and the same -- respectively -- 1 and 4-phenylene (or it has not permuted this radical -- or F or Cl -- a single permutation -- or 2 ****s is carried out) -- 1, 3-phenylene (this radical has not been permuted or is permuted by one piece or two F), The cyclo HEKISHI-1-en -1, 4-diyl, the cyclo HEKISHI-2-en -1, 4-diyl, They are the 1-alkyl-1-silacyclo hexane -1, 4-

diyl, the bicyclo [2.2.2] octane -1, 4-diyl, an indan -2, 6-diyl or naphthalene -2, and 6-diyl.;

M1, M2, and M4 And M5 it becomes independent mutually and the same -- or -- different -- **** -- respectively -- single bond, -OC(=O)-, and - (O=) -- C-O-, -OCH2-, -CH2-O-, -CH2 CH2-, -CH2 CH2 CH2 CH2-, or -C**C- it is --;

(AX-MX) is single bond, although a, b, c, and d are 0 or 1, respectively, however when it is $1 \leq \{a+b+c+d\} \leq 3$ and a corresponding characteristic is 0.

[Claim 2] A3 Active matrix display according to claim 1 which is a fluorination pyridine, a fluorination pyrimidine, fluorination pyrazine, fluorination aza-naphthalene, a fluorination aza-tetrahydronaphthalene, or a fluorination aza-phenanthrene.

[Claim 3] A3 The active matrix display according to claim 1 which is the following radical: [Formula 2]

[Claim 4] smC* The layer normal z and pneumatic **** of a phase are a cholesteric phase. (N* phase) The direction n of orientation is smC*. Active matrix display given in either of claims 1, 2, or 3 in the 0.5 to 1.0 times as much range as a tilt angle.

[Claim 5] A ferroelectric liquid crystal layer has the following phase sequence. : I*-N*-smC* smA* which has the existence range which is not larger than 2 degrees here N* A phase and smC* Active matrix display according to claim 1 to 4 which can exist between phases.

[Claim 6] The spontaneous polarization value of a ferroelectric liquid crystal medium is 25 nC/cm². Small active matrix display according to claim 1 to 5.

[Claim 7] For chiral pneumatic **** of a liquid crystal layer, the die length of a cholesteric pitch is an active matrix display [longer than 50 micrometers] according to claim 1 to 6 in at least 2-degree C temperature requirement more than smectic phase transition temperature.

[Claim 8] It is the manufacture approach of an active matrix display according to claim 1 to 7. To the opening between the lower part substrates which carried out rubbing to the upper part substrate in which the active matrix display carried out rubbing Introduce a liquid crystal layer and are fundamentally parallel to the direction of rubbing of the above-mentioned upper part substrate, and the direction of rubbing of the above-mentioned lower part substrate here. Subsequently, it includes making this liquid crystal phase cool from an isotropic phase, and is N* ->smC* at least here. Or N* ->smA* ->smC* Said manufacture approach of impressing direct current voltage to the display concerned among phase transition.

[Claim 9] The active matrix display obtained by the approach according to claim 8.

[Claim 10] claim 1- [in / TV, HDTV, or the multimedia field] in the information processing field especially the notebook mold PC, a Personal Digital Assistant, and a desktop monitor -- use of an active matrix display given in either 7 and 9.

[Claim 11] Use in the active matrix display of the compound expressed with the formula

(I) defined as either of claims 1, 2, or 3.

[Claim 12] 2-fluoro pyridine compound expressed with a formula (II): [Formula 3]

The inside of a formula, a notation, and a sign are as the following definition. : R6 And R7 They are the same or the shape of a straight chain which is different and has 1-20 carbon atoms, respectively, and a branched chain-like alkyl group (this radical has an asymmetric carbon atom, or does not have it).;

A6 They are 1, 4-phenylene, 1, the 1'-biphenyl -4, 4'-diyl, or single bond.;

A7 They are 1, 4-phenylene, 1, the 1'-biphenyl -4, 4'-diyl, or single bond. It corrects. aA6 It is A7 when it is 1 and 4-phenylene. It is 1 and 4-phenylene. bA6 It is A7 when it is single bond. They are 1, the 1'-biphenyl -4, and 4'-diyl. cA6 It is A7 when it is 1, the 1'-biphenyl -4, and 4'-diyl. It is single bond.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

In order to use a flat panel screen instead of the Braun tube, it is a low manufacture price and the display technique which makes it possible to attain high resolution, i.e., 1000 or more Rhine high resolution, high display brightness (>200 cd/m²), large contrast (> 100:1), a high frame ratio (> 60Hz), moderate color specification (> 16 million color), a large image configuration (> the 40cm screen diagonal line), little power consumption, and a large angle of visibility to coincidence is required. At present, the technique which fully fills all of these properties to coincidence does not exist.

Many manufacturers are based on the pneumatic liquid crystal, and are several latest years, and the notebook mold PC and a Personal Digital Assistant (personal digital assistants). And the screen currently used in fields, such as a desktop monitor, was developed.

[0002]

In these cases, STN (super TSUISUTO pneumatic), AM-TN (active-matrix-torsion pneumatic), AM-IPS (active-matrix-in plane switching) and AM-MVA (multi-domain by which active-matrix-perpendicular orientation was carried out) () [active matrix-multidomain vertically] The technique of aligned is used. These techniques It is widely indicated by the publication. For example, the following publication It can refer to. : TFT/LCD:Liquid Crystal Displays Addressed by Thin-Film Transistors by T.Tsukuda, and Gordon and Breach, 1996, ISBN 2-919875-01-9 and publication;SID Symposium quoted in this publication, 1997, ISSN-0097-966X, 7-10 pages, 15-18 pages, 47-51 pages, and 213-216 A page and 383-386 A page and 397-404 Publication quoted a page and here. PDP (plasma display panel) (plasma display panel), PALC (plasma address liquid crystal) (plasma addressed liquid crystal), ELD (electroluminescence display) (electroluminescent display), the FED (field emission mold display) (field emission display) technique, etc. could also be used, and these techniques were quoted above again further again. It is explained by the SID report.

[0003]

Clerks (Clark) And Lagerwall (Lagerwall) (United States patent 4,367,924) was able to prove that the photoelectricity driver element or display device which has the quick response time by the factor to 1000 was obtained as compared with TN ("torsion pneumatic") cel of common use, when the ferroelectric liquid crystal (FLC) was used in the very thin cel (for example, EP-A 0 032 362 reference). this fact that it reached and the possibility and contrast of other desirable properties, for example, a bistability drive, have almost been independent of an angle of visibility -- being based -- FLC -- fundamental -- the application fields, such as a KOMPYUTA display and a television receiver, -- suitable -- **** -- this -- May, 1995 to canon company (Canon) from -- it is proved by the monitor currently sold in Japan.

Although a smectic phase is formed and the compound these very thing of whose is activity optically, or such a smectic phase is formed in order to use FLC with electro-optics components or a perfect optic, one of whether a ferroelectricity smectic phase is made to induce is required for the compound these very thing of whose is not optical activity by doping an optically active compound. In this case, a desirable phase must be stability over the largest possible temperature requirement, and this phase should have large resistance and an electrical-potential-difference maintenance characteristic value.

[0004]

Each pixel of a liquid crystal display is usually a series of electrodes (conductor truck) and columns (columns) which meet the upper part side of a display, or on a lower part side at a row (rows). It is arranged by x and y matrix which are formed of arrangement of a series of meeting electrodes. The crossing of a horizontal (row) electrode and a perpendicular (column) electrode forms the pixel in which the address is possible. Arrangement of this pixel is usually called a passive matrix (passive matrix). when carrying out the address, various time-division system develops -- having -- **** -- for example, -- Displays, 1993, vol.14, No.2, and 86-93 pages -- and -- It is indicated by Kontakte, 1993 (2), and 3-14 pages. Although the passive matrix address method has the advantage that a manufacture price is cheap, simply [manufacture of a display] therefore, this passive address method always has the fault that it is only being able to carry out for every Rhine, and, as for the address time amount of the whole screen which

has Rhine of N book, N times of the Rhine address time amount are required as that result. In the case of the Rhine address time amount of common use of an about 50 micro second, in the case standard [for example,] [high resolution TV (High Definition TV) and Rhine 1152] for HDTV, i.e., the case of about 16Hz highest frame ratio, this means the screen address time amount of about 60 mses which are too late for displaying the image which moves.

[0005]

It is halftone further again. (gray shades) The display is difficult. In the place (1997 year on 20-July 24) of the FLC meeting in the France country and a breast telephone (Brest, France) Refer to Abstract Book 6 th International Conference on Ferroelectric Liquid Crystals and Brest/France, MIZUTANI (Mizutani) etc. -- a RGB pixel (RGB= red and green --) Blue It is subpixel (sub-pixel), respectively. It is divided and the passive type FLC display equipped with the digital halftone by which this is enabled to display halftone with a digital gestalt by partial change was offered. N halftone is 3 Ns if three primary colors (red, green, blue) are used. A color is brought about. The fault of this approach is a required screen driver (drivers). It is in a number increasing exceptionally, therefore a price becoming high exceptionally. In the case of the screen shown by BURISUTO, a 3 times as many driver as whether the standard FLC display which is not equipped with digital halftone needed and the becoming driver is required.

[0006]

In the technique called active-matrix technology (AMLCD), a destructuring substrate is usually combined with an active-matrix substrate. A non-line type component, for example, a thin film transistor, is electrically accumulated on each pixel of an active-matrix substrate. This non-line type component can also be diode, a metal-insulator-metal, and a similar component again, and these can be advantageously manufactured by the thin-film-processing method, and are indicated by the related publication (for example, refer to T.Tsukuda, TFT/LCD:Liquid Crystal Displays Addressed by Thin-Film Transistors, Gordon and Breach, 1996, ISBN 2-919875-01-9, and reference quoted in this publication).

An active-matrix LCD usually operates a pneumatic liquid crystal in TN (torsion pneumatic), ECB (birefringence which carried out electric control), VA (perpendicular orientation), or IPS (the Inn-plane switching) mode. Each ***** and an active matrix generate the electric field of the reinforcement according to individual on each pixel, and bring about the change in orientation, therefore the change in a birefringence value, and, subsequently this is visualized in polarization light. The poor image capacity (video capability) by the response time late to the excess of a pneumatic liquid crystal has the serious fault of these approaches.

[0007]

By this reason and other reasons, the liquid crystal display based on the combination of a ferroelectric liquid crystal ingredient and an active-matrix component was offered (for example, (WO 97/12355 or Ferroelectrics, 1996 and 179, 141-152, W.J.A.M.Hartmann, IEEE Trans.Electron.Devices, 1989 and 36, 9 ;P t.1), 1895-9 and a paper, Eindhoven, the Netherlands, 1990 reference).

Hartmann (Hartmann) is a common name and "this tray style arrangement" (quasi-bookshelf geometry). (QBG) The combination of FLC and a TFT (thin film transistor) active matrix was used, and a quick speed of response, halftone, and high permeability

were attained to coincidence. However, QBG does not have the stability covering a large temperature requirement from the temperature dependence of smectic layer thickness destroying or circulating electric-field induction layer structure. Hartmann is 20 nC/cm² further again. The FLC ingredient which has a large spontaneous polarization value is used. This is 0.01mm². In the case of the pixel which has the actual size of area, a high charge is led (at the saturation time, they are $Q=2AP$, A = pixel area, and P = spontaneous polarization value). For example, when using the cheap amorphism silicon TFT, a pixel cannot reach into the operating time of TFT at such a high charge condition. By these reasons, this technique was not studied succeedingly till today.

[0008]

Hartmann is a charge in order to display the gradation which almost continues. - Although the controlled bistability nature was used, the nit (Nito) etc. suggested monostable FLC structure (Journal of the SID, 1/1993, and 163-169 refer to page). [2 and 1993] In this case, from many intermediate phases which generate an FLC ingredient by impression of electric field which passes through a thin film transistor, orientation is carried out by using a comparatively high electrical potential difference so that only a monostable location may be generated. These intermediate states correspond to the brightness value (halftone) from which many are different, when a cel gestalt agrees between crossover polarizing plates.

However, one of the faults of this technique has the muscle-like structure of restricting the contrast and the brightness of this cel in generating on a display (refer to drawing 8 of the above-mentioned publication). Although the muscle-like structure which is this fault can amend pneumatic **** by processing a cholesteric phase by the high voltage (20-50V) (refer to the above-mentioned publication 168 pages), such electric-field processing is not suitable for mass production method of a screen, and does not usually bring about temperature stability structure. This approach produces a change further again only in the include-angle range to the peak price of a one-time tilt angle. in the case of the ingredient currently used by the nit etc., this highest tilt angle is about 22 degrees (165 a page and drawing 6) -- therefore, the highest permeability to produce is only 50% of permeability of two parallel polarizing plates.

[0009]

The purpose of this invention is to offer the ferroelectricity active-matrix liquid crystal display in which it is light and temperature stability, and achievement of the very high highest permeability and very large contrast must be carried out possible, and desirable resistance and an electrical-potential-difference maintenance characteristic value must be shown further again, without being accompanied by formation of the muscle-like structure by this although it is a ferroelectricity active-matrix liquid crystal display containing ferroelectric liquid crystal mixture and is regarded as what has this liquid crystal mixture in a monostable location.

smC* as which this purpose tends to be clearly determined according to this invention It is the monostable ferroelectricity active matrix display which contains the liquid crystal layer which has the layer normal z of a phase (normal) with the gestalt of a mono-domain (monodomain). : by which, as for the layer normal z and pneumatic ****, the direction n of orientation of a cholesteric phase (N^* phase) forms the larger include angle than 5 degrees, and the liquid crystal layer concerned is attained with the active matrix display containing the compound expressed with at least one sort of formulas (I) [0010]

[Formula 4]

inside of a formula A3 the nitrogen content aromatic series radical of the shape of the shape of a single nucleus fluorinated, the shape of 2 nuclei, and 3 nuclei -- it is -- R1 And R2 It becomes independent mutually. It is different and [the same or] [whether it is hydrogen, respectively and] Or one piece or two -CH₂-radicals which are the alkyl group or alkyloxy radical which has 2-16 carbon atoms, and exist in this radical - It may be replaced by CH=CH-, -OC(=O)-, -(O=) C-O-, -Si(CH₃)₂- or a cyclopropane -1, and 2-diyl. moreover -- although one piece or two H atoms or more which exist in this radical may be replaced by F -- R1 [however,] And R2 both -- hydrogen -- it cannot be -- or -- R1 And R2 Radical M7-R7 it is -- [0011]

It is R7 here. It is the radical which has at least one asymmetric carbon atom. This asymmetric carbon atom it is a part of alkyl group which has 3-16 carbon atoms, and exists in this radical -- preferably one piece or 1-4 -CH₂-radicals [two] It may be replaced by O-, -OC(=O)-, or -(O=) C-O-. - One [moreover,] of the substituent of this asymmetric carbon atom - They must be CH₃, -CF₃, -OCH₃, and Cl, CN or F. Or this asymmetric carbon atom One -CH₂-radical or two -CH₂-radicals which do not adjoin which are a part of rings of 3 member - 7 member, and exist in this ring - it may be replaced by O- or one -CH₂-radical is replaced by -OC(=O)- or -(O=) C-O- having -- **** -- M7 When asymmetric carbon atoms are some alkyl chains, it is single bond, and an asymmetric carbon atom is R7. When it is a part of ring defined just, they are single bond, -OCH₂-, -CH₂ O-, -OC(=O)-, or -C(O=) CO-;

[0012]

A1, A2, and A4 And A5 Or different it becomes independent mutually and the same -- respectively -- 1 and 4-phenylene (or it has not permuted this radical -- or F or Cl -- a single permutation -- or 2 ****s is carried out) -- 1, 3-phenylene (this radical has not been permuted or is permuted by one piece or two F), The cyclo HEKISHI-1-en -1, 4-diyl, the cyclo HEKISHI-2-en -1, 4-diyl, They are the 1-alkyl-1-Syros-cyclohexane -1, 4-diyl, the bicyclo [2.2.2] octane -1, 4-diyl, an indan -2, 6-diyl or naphthalene -2, and 6-diyl.;

M1, M2, and M4 And M5 it becomes independent mutually and the same -- or -- different -- **** -- respectively -- single bond, -OC(=O)-, and - (O=) -- C-O-, -OCH₂-, -CH₂O-, -CH₂ CH₂-, -CH₂ CH₂ CH₂ CH₂-, or -C C- it is --;

(AX-MX) is single bond, although a, b, c, and d are 0 or 1, respectively, however when it is $1 \leq \{a+b+c+d\} \leq 3$ and a corresponding characteristic is 0.

[0013]

The active matrix FLCD of this invention As an optical-activity layer The following phase sequence: Isotropic-pneumatic **** is cholesteric (N*) -. Smectic C* Or the following phase sequence: Isotropic-pneumatic **** is cholesteric (N*) -. Smectic A* - Smectic C* Having, a smectic A phase contains the ferroelectric liquid crystal medium which is not larger than 2K, which is desirable and is not larger than 1K and which has especially the width of face which is desirable and is not larger than 0.5K here. The asterisk (*) put on the above-mentioned phase expresses a chiral phase.

Fluorination nitrogen content aromatic series is a fluorination pyridine, a fluorination

pyrimidine, fluorination pyrazine, fluorination aza-naphthalene, a fluorination aza-tetrahydronaphthalene, or a fluorination aza-phenanthrene preferably.

[0014]

: to which the fluorination nitrogen content aromatic series radical of the following class is especially mentioned as a desirable thing -- [Formula 5]

The liquid crystal medium of the active matrix FLCD of this invention contains one sort or two sorts or more of fluorination nitrogen content aromatic series for one sort or two sorts or more of fluorination nitrogen content aromatic series at 5 - 70% of a rate preferably especially 0.05 to 80%.

[0015]

This display to the opening between the lower part substrates which carried out rubbing to the upper part substrate in which the active matrix display carried out rubbing preferably Introduce a liquid crystal layer and the direction of rubbing of the above-mentioned upper part substrate and the direction of rubbing of the above-mentioned lower part substrate are fundamentally parallel here. Subsequently, it includes making this liquid crystal phase cool from an isotropic phase, and is N* ->smC* at least here. Or N* ->smA* ->smC* It manufactures by the approach of impressing direct current voltage to the display concerned, among phase transition.

An active matrix display is filled up with such FLC mixture. Manufacture and the component part of this type of AM display are TSUKUDA (Tsukuda) quoted above. It is indicated by the publication at the detail. However, unlike a pneumatic display, 0.7-2.5 micrometers of thickness of an FLC layer are 1-2 micrometers preferably slightly. The direction of rubbing of an upper part substrate and the direction of rubbing of a lower part substrate are substantially parallel further again. The "substantially parallel" vocabulary includes the direction of antiparallelism rubbing, or the direction of rubbing which crosses to 10 degrees slightly.

[0016]

That it is important when operating this display impresses a desirable direct current lower than 5V during the controlled cooling period in display manufacture, and it is N* ->smC*. Or N* ->smA* ->smC* It is in maintaining this during a phase transition period. The result regarded as this being in the monostable mono-domain the whole display appears darkly completely between crossover polarizing plates is brought about.

When this domain is obtained, the switch of a direct current is turned off. Thus, the acquired structure is monostable against the bistability FLCD of common use against a prototype of Hartmann who quoted above. The direction of suitable n-orientation (this shows the direction of orientation of a molecule axis of ordinate) means that the direction of z-orientation (this shows the direction of orientation of the smectic layer normal to a liquid crystal layer) inclines to the direction of rubbing with the tilt angle value mostly to this being the direction of rubbing of a cel. This arrangement completely disagrees with

the usual bistability cell by Clerks and Lagerwall who have the direction of z-orientation in the direction of rubbing.

[0017]

Although the orientation where two layer normals with which this just brings about ultimately the muscle-like structure which is not desirable as for the above against the prototype of a nit do not exist, therefore two sorts of domains do not exist exists correctly, it is a direction without the room of only one misgiving of the direction of z-orientation, i.e., the orientation where only one mono-domain exists. A twice as many tilt angle as this can be obtained, this draws permeability 100% based on an parallel polarizing plate, namely, twice as many brightness as this is obtained here further again. Thus, the display obtained looks dark completely in suitable angle of rotation between crossover polarizing plates. Only by impressing several volts driver voltage, this display looks bright, and this brightness changes with electrical potential differences continuously, and gives almost to the brightness of the parallel polarization film of two sheets at the saturation time. Ideally preferably, the include angle between the direction of orientation of this pneumatic (or cholesteric) phase and a layer normal (the direction of z-orientation) is equal to the tilt angle of a smectic phase, or fundamentally [at least] equal to this tilt angle. the purpose of this invention -- being concerned -- "-- substantial - - " -- the vocabulary -- desirable -- from the one half of a tilt angle -- all -- the range of until -- especially, it is 0.8 to 1 time the tilt angle preferably, and at least 5 degrees is meant.

[0018]

the ferroelectricity active-matrix liquid crystal display by this invention -- high permeability, the short response time, and gradation -- and -- therefore -- from [having combining a cheap full color capacity and manufacture price and a large temperature requirement] -- especially -- TV and HDTV -- or it is very useful extraordinarily in multimedia. further -- again -- this display -- ≤ 10 volt -- desirable -- $\leq 8V$ -- it can be made to operate on the electrical potential difference of $\leq 5V$ preferably especially The spontaneous polarization value of the active matrix FLCD by this invention is the operating temperature of a display, and, generally is 20 nC/cm^2 . They are 15 nC/cm^2 small and preferably. It is $0.01 - 10 \text{ nC/cm}^2$ small still more preferably. It is in the range. For the die length of a cholesteric pitch, it is preferably longer than 50 micrometers in temperature requirement at least 5 degrees C or more more than smectic phase transition temperature, or chiral pneumatic **** of a liquid crystal layer is N^* . When the phase's existence range is lower than 5 degrees C, it is longer than 50 micrometers in the temperature requirement of at least 80% of this existence range.

[0019]

This display is TV, HDTV, or the multimedia field, or can be used by the information processing field PC, for example, a notebook mold, the Personal Digital Assistant, or the desktop monitor.

The vocabulary of an "active matrix display" is WARUBA (D. M. Walba) as what is especially used on these specifications. LCD which used the rear face of IC chip (IC= integrated circuit) is included instead of one of two substrates as indicated by Science, 270,250-251, or (1993) <http://www.displaytech.com>.

It was found out that it is suitable for fluorination nitrogen content aromatic series suiting the requirements issued at the beginning, therefore using it as a component of the high

resistance ferroelectric liquid crystal mixture for active matrices FLCD.

[0020]

: which this invention provides with 2-fluoro pyridine derivative expressed with a formula (II) again -- [Formula 6]

[0021] which is as the following definition the inside of a formula, a notation, and a sign are. : R6 And R7 They are the same or the shape of a straight chain which is different and has 1-20 carbon atoms, respectively, and a branched chain-like alkyl group (this radical has an asymmetric carbon atom, or does not have it). A6 They are 1, 4-phenylene, 1, the 1'-biphenyl -4, 4'-diyl, or single bond.

A7 They are 1, 4-phenylene, 1, the 1'-biphenyl -4, 4'-diyl, or single bond. It corrects. aA6 It is A7 when it is 1 and 4-phenylene. It is 1 and 4-phenylene. bA6 It is A7 when it is single bond. They are 1, the 1'-biphenyl -4, and 4'-diyl. cA6 It is A7 when it is 1, the 1'-biphenyl -4, and 4'-diyl. It is single bond.

The notation and sign in a formula (II) are as the following definition preferably. : A6 And A7 They are the desirable shape of the same or a straight chain which is different and has 3-18 carbon atoms, respectively, or a branched chain-like alkyl group.;

R6 And R7 It is especially desirable the same or straight chain-like alkyl group which is different and has 5-16 carbon atoms, respectively.

The compound expressed with following type (II-1) - (II-3) is especially mentioned as a desirable compound. : [0022]

[Formula 7]

[0023]

The inside of each formula, and R6 And R7 It has the above-mentioned semantics and suitable semantics.

the manufacture approach of the mixture of this invention is well-known in principle : fluorination pyridines -- for example, -- JP-B -2079059 and US -- 5,389,291, US 5,630,962, and US 5,445,763 DE-A 4427199.

About fluorination pyrimidines, they are US 5,344,585 and EP-B 0158137.

About fluorination pyrazines, it is US 5,562,859.

fluorination aza-naphthalene, fluorination aza-tetrahydronaphthalenes, and fluorination aza-phenanthrenes (Id) -- for example, -- DE-A 19517056, DE-A 19517060, DE-A 19653009, and DE-A 19538404.

[0024]

The following example illustrates this invention.

(Example)

Example [] 1 the special fitness of the compound of this invention used as a component of the ferroelectric liquid crystal mixture for active matrix displays is proved by the following measurement which examines the compound of this invention as compared with the compound of the another kind to which it is suggested as a component of ferroelectric liquid crystal mixture.

The resistance of the following component is measured using a suitable measuring device.

- a) 2-(4-octyloxy phenyl)-5-octyl pyrimidine (this compound is Liq.C rystals are compounded according to DD-WP 95892 and according to Nagashima etc., 1997, and vol.4,537-546 it is refined according to a page)
- b) 5-butyloxy-2-[4-(octyloxy -2, 3-difluoro phenyl) phenyl] pyrimidine (this compound is compounded / refined according to EP-B 0332006)

[0025]

- c) 2-octyl-6-(5-nonyl pyrimidine-2-IRU) indan (this compound is compounded / refined according to EP-B 546338)
- d) Compound according to a formula (Ia1) 6-(4-cyclohexyl phenyl)-2-fluoro-3-(4-octyloxy phenyl) pyridine (this compound is compounded / refined according to US 5,630,962)
- e) Compound according to a formula (Ib1) 4-fluoro-5-octyloxy-(2, 4-octyloxy phenyl) pyrimidine (this compound is compounded / refined according to US 5,344,585)

[0026]

[Table 1]

Table 1

Since the mixture which larger resistance is acquired by standard actuation, therefore has a desirable electrical-potential-difference maintenance property by using the ingredient by this invention is obtained, Table 1 is proving the special fitness of the compound by this invention in formation of the ferroelectric liquid crystal mixture for active matrix

displays.

This ferroelectric liquid crystal mixture can be monopolistically obtained from the compound by this invention by mixing with the component of the another kind of common use into FLC mixture.

[0027]

Example [] 2, if the [weight %] chiral smectic liquid crystal mixture which consists of the following component is mixed with compound 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl)-3-(4-pentyl phenyl) pyridine 20% Phase sequence I82.0-78.1N* 68.6Sc* The chiral smectic liquid crystal mixture which it has is obtained. : 2-(4-decyloxy phenyl)-5-octyl Pyrimidine 12.6% 2-(4-octyloxy phenyl)-5-octyl Pyrimidine 15.9% 2-(4-hexyloxy phenyl)-5-octyl Pyrimidine 16.5% 2-(2, 3-difluoro-4-heptyl OKISHIFE nil)-5-nonyl pyrimidine 7.0% 2-(2, 3-difluoro-4-octyl OKISHIFE nil)-5-nonyl pyrimidine 7.0% 2 - (2, 3-difluoro-4-nonyloxy phenyl) - 5-nonyl pyrimidine 7.0% 2-(4'-propyl biphenyl-4-IRU)-5- Octyl pyrimidine 12.5% 4 - (9-octyloxy pyrimidine-2-IRU)

Phenyl (2R, 3R) -3-propyl oxirane Carboxylate 1.5% [0028]

This mixture is examined about that electro-optics property in a trial cel. this trial cel -- the electrode spacing of 1.3 micrometers (micrometer) and an indium-stannic-acid ghost (ITO) electrode -- having -- the Hitachi chemistry company (Hitachi Chemicals) from -- it has the LQT-120 orientation film which can come to hand.

First, permeability / electrical-potential-difference modality is measured. Orientation of the trial cel with which it was filled up is carried out to this purpose by cooling, and the direct current voltage of 3 volts is impressed to it in a 80 degrees C - 70 degrees C temperature requirement. Thereby, in a polarization microscope, the monostable mono-domain which looks dark completely between crossover polarizing plates with the optimal angle of rotation is formed. Here, the electro-optics-behavior of this cel is evaluated using a single electrode and a square wave address pulse.

The single-electrode-potential pulse of continuation is impressed to the beginning for 10ms, and, subsequently permeability is measured as a function of an electrical potential difference. The following result is obtained in 30 degrees C. : [0029]

[Table 2]

[0030]

By this measurement, difference ** of the layer normal z 10.9 degrees the tilt angle (2theta, **20V, 60Hz) of about 54.1 degrees and from [n] orientation is obtained.

Example [] 3, although it is the mixture of Example 2, and similar mixture Instead of a 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl)-3-(4-pentyl phenyl) pyridine 2-fluoro-6-(4-octyloxy phenyl) pyridine-3-IRU The mixture containing octanoate 20% The following measured value is shown and it is ** and 169.8-67.8N* 58.7Sc(tilt angle [of about 60.5 degrees] (2theta, **20V, 60Hz), and 22.5 degrees) *. A phase sequence is shown. : [0031]

[Table 3]

[0032]

Example [] 4, although it is the mixture of Example 2, and similar mixture Instead of a 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl)-3-(4-pentyl phenyl) pyridine The mixture containing 3-DESHIRU-2-fluoro-6-(4-octyloxy phenyl) pyridine 20% The following measured value: 168.0-66.0N* 60.0Sc* A phase sequence, the tilt angle (2theta, **20V, 60Hz) of 51.3 degrees, and about 16.1 degrees ** are shown. : [0033]

[Table 4]

[0034]

Example [] 5, although it is the mixture of Example 2, and similar mixture Instead of a 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl)-3-(4-pentyl phenyl) pyridine 4-(3-fluoro-5-octyloxy pyridine-2-IRU) phenyl The mixture containing transformer-4-pentyl cyclohexane carboxylate 20% 184.7-82.3N* 50.7Sc* A phase sequence, ** value of 5.4 degrees, and about 70% (5V, 60Hz) of permeability of the permeability of two parallel polarizing plates are shown. These examples prove the continuous tone of the display by this invention.

[0035]

Example [] 6 2-fluoro-3-nonyl-6-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4' -IRU) pyridine 4-heptyl biphenyl-4' - IRUHO acid [159381-67-6] 16.2 g 2-BUROMO-6-fluoro pyridine 8.8g, 10.6g of sodium carbonates, tetrakis (triphenyl phosphine) (palladium O) 0.6g, toluene 500ml, ethanol 250ml, and the mixture of 125ml of water are made to flow back until a reaction is completed. Make this mixture cool, a phase is made to separate, this organic layer is washed, it is made to dry and, subsequently evaporation desiccation is carried out by reduced pressure. After recrystallization from column chromatography (silica gel; dichloromethane / heptane 1:1) and a heptane refines, 2-fluoro-6-(4-heptyl biphenyl-4'-IRU) pyridine 11.3g is obtained as a colorless crystal of m.p.117 degree C and cl.p.135 degree C.

[0036]

tetrahydrofuran of 10.7g of this product 250ml -- an inner solution is dropped at a 1.1Eq lithium diisopropyl amide (inside of a tetrahydrofuran) at temperature lower than -60 degrees C, and it adds. subsequently, tetrahydrofuran 20ml -- an inner pelargonic aldehyde 6.8g solution is added, and this reaction mixture is made into a room temperature over one night. It hydrolyzes by iced water / 1l. of hydrochloric acids, subsequently tert-butyl methyl ether extracts this mixture, a saturation sodium chloride

solution washes this extract, and, subsequently evaporation desiccation is carried out by reduced pressure. The 1-[2-fluoro-6-(4-heptyl biphenyl-4'-IRU) pyridine-3-IRU] nonane-1-ol residue It mixes with toluene 300ml and 0.4g of 4-toluenesulfonic acid hydrates. Subsequently, after the removal of a solvent by; distillation which heats and separates the water from a reaction with azeotropy, and purification by column chromatography (silica gel; a heptane / dichloromethane 2:1), 1- [2-fluoro-6-(4-heptyl biphenyl-4'-IRU) pyridine-3-IRU] -- non, -1-en 5.3g is obtained.

[0037]

It dissolves in tetrahydrofuran 150ml, and mixes with palladium (10% / C) 0.5g, and, subsequently this matter is hydrogenated in a room temperature and atmospheric pressure. ; phase sequence: X87S3 94S2 132Sc163I from which 3.4g of compounds of a title is obtained after recrystallizing [removal of the solvent by filtration and distillation, the purification by the chromatography (silica gel; a heptane / dichloromethane 1:1), and] from an acetonitrile.

The following compound can be obtained by the same approach. : 2-fluoro-3-nonyl-6-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-nonyl pyridine;

2-fluoro-3-nonyl-6-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-octyl-6-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

[0038]

2-fluoro-6-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-octyl pyridine;

2-fluoro-6-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-octyl pyridine;

2-fluoro-3-octyl-6-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-heptyl-6-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-heptyl-6-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-heptyl-6-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-heptyl-6-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

[0039]

2-fluoro-3-heptyl-6-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-hexyl-6-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-hexyl-6-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-hexyl pyridine;

2-fluoro-3-hexyl-6-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-hexyl-6-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-pentyl pyridine;

[0040]

2-fluoro-6-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-pentyl pyridine;

2-fluoro-6-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-pentyl pyridine;

2-fluoro-6-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-3-hexyl pyridine;

3-DESHIRU-2-fluoro-6-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

3-DESHIRU-2-fluoro-6-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

3-DESHIRU-2-fluoro-6-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

3-DESHIRU-2-fluoro-6-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

3-DESHIRU-2-fluoro-6-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine.

[0041]

Example [] 7 2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6- (4-nonylphenyl)

pyridine 4-nonylphenyl boric acid desiccation tetrahydrofuran 550ml of the Grignard compound manufactured from magnesium 0.55mol and 1-BUROMO-4-nonyl benzene 0.37mol -- an inner solution -- 0 degree C -- the bottom of a protective gas ambient atmosphere -- desiccation tetrahydrofuran 400ml -- it is dropped at the solution of 0.4 mols of inner trimethyl ester of boric acid, and adds. This mixture is agitated at this temperature for further 2.5 hours. Subsequently, 600ml of hydrochloric acids on the strength is added 10%, and the mixture to generate is agitated for 30 minutes at a room temperature. tert-butyl methyl ether extracts this reaction mixture after addition of 120g of sodium chlorides, organic extracts are collected, a saturation sodium chloride solution washes, and, subsequently it is made to dry using magnesium sulfate. Remove a solvent by reduced pressure, this rough product is made to ***** from an acetonitrile, and 72g (79%) of 4-nonylphenyl boric acids is obtained.

[0042]

The following compound can be obtained by the same approach. : 4-propyl phenyl boric acid [134150-01-9];

4-buthylphenyl boric acid [145240-28-4];

4-pentyl phenyl boric acid [121219-12-3];

4-hexyl phenyl boric acid [105365-50-2];

4-heptyl phenyl boric acid;

4-octyl phenyl boric acid [133997-05-4];

4-DESHIRU phenyl boric acid [170981-25-6];

4-undecyl phenyl boric acid [210368-94-8];

4-dodecyl phenyl boric acid [206763-93-1].

[0043]

2-fluoro-6-(4-nonylphenyl) pyridine The solution of 2-BUROMO-6-fluoro pyridine 232mmol of toluene 400ml Naka is mixed with the solution of sodium-carbonate 464mmol in 4-nonylphenyl boric-acid 290mmol, ethanol 200ml, and 200ml of water, and tetrakis (triphenyl phosphine) (palladium O) 2.3mmol in a room temperature. Heating ebullition of this mixture is carried out for 3.5 hours. A phase is made to separate after cooling, this aquosity phase is extracted by dichloromethane, organic layers are collected, and, subsequently it is made to dry using magnesium sulfate. A solvent is removed by reduced pressure, recrystallization from column chromatography, and the acetonitrile/acetone 5:1 using n-heptane / dichloromethane 1:1 as an eluate refines this rough product on silica gel 60, and 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl) pyridine 63g (91%) is obtained.

[0044]

The following compound can be obtained by the same approach. : 2-fluoro-6-(4-propyl phenyl) pyridine;

6-(4-buthylphenyl)-2-fluoro pyridine;

2-fluoro-6-(4-pentyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-6-(4-hexyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-6-(4-heptyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-6-(4-octyl phenyl) pyridine [155466-91-4];

6-(4-DESHIRU phenyl)-2-fluoro pyridine;

6-(4-undecyl phenyl)-2-fluoro pyridine;

6-(4-dodecyl phenyl)-2-fluoro pyridine.

[0045]

2-fluoro-6-(4-nonylphenyl) pyridine-3-boric acid a 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl) pyridine 100mol [in desiccation THF500ml] solution -70 degrees C -- the bottom of a protective gas ambient atmosphere -- desiccation tetrahydrofuran 100ml -- it is dropped at the solution of inner lithium diisopropyl amide 110mmol, and adds. This mixture is agitated at this temperature for further 4 hours. desiccation tetrahydrofuran 40ml -- subsequently the solution of inner dust methyl ester-of-boric-acid 200mmol is dropped at temperature lower than -60 degrees C, and it adds. Warming slowly and carrying out ice cooling subsequently to a room temperature, it mixes with 60ml of water, and the solution of 20ml of concentrated hydrochloric acid, and, subsequently this reaction mixture is agitated at a room temperature for further 1 hour. tert-butyl methyl ether extracts this reaction mixture, collect organic extracts, water and a saturation sodium chloride solution wash, subsequently it is made to dry using a sodium sulfate, and, subsequently a solvent is removed by reduced pressure. This rough product is crystallized from n-heptane / acetone 4:1, and 19.8g (58%) of 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl) pyridine-3-boric acids is obtained.

[0046]

By the same approach The following compound it can obtain : 2-fluoro-6-(4-propyl phenyl) pyridine-3-boric acid 6-(4-buthylphenyl)-2-fluoro pyridine-3-boric acid 2-fluoro-6-(4-pentyl phenyl) pyridine-3-boric acid 2-fluoro-6- (4-hexyl phenyl) pyridine-3-boric acid 2-fluoro-6- (4-heptyl phenyl) pyridine-3-boric acid 2-fluoro-6- (4-octyl phenyl) pyridine-3-boric acid 6-(4-DESHIRU phenyl)-2-fluoro pyridine-3-boric acid 6-(4-undecyl phenyl)-2-fluoro pyridine-3-boric acid 6-(4-dodecyl phenyl)-2-fluoro pyridine-3-boric acid.

[0047]

The solution of 1-BUROMO-4-pentyl benzene 40mmol of toluene 90ml Naka is mixed with the solution of sodium-carbonate 80mmol in 2 - fluoro-6-(4-nonylphenyl) pyridine-3-boric-acid 44mmol, ethanol 45ml, and 45ml of water, and tetrakis (triphenyl phosphine) (palladium O) 0.4mmol in a room temperature. Heating ebullition of this mixture is carried out for 5 hours. A phase is made to separate after cooling, tert-butyl methyl ether extracts this aquosity phase, organic phases are collected, water and a saturation sodium chloride solution wash, and, subsequently it is made to dry using magnesium sulfate. Subsequently a solvent is removed by reduced pressure, recrystallization from column chromatography, and the acetonitrile/acetone 1:1 using n-heptane / dichloromethane 1:1 as an eluate refines this rough product on silica gel 60, and a 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl)-3-(4-pentyl phenyl) pyridine is obtained.

[0048]

The solution of 1-BUROMO-4-heptyl benzene 48mmol of toluene 155ml Naka is mixed with the solution of sodium-carbonate 96mmol in 2 - fluoro-6-(4-nonylphenyl) pyridine-3-boric-acid 48mmol, ethanol 77ml, and 77ml of water, and tetrakis (triphenyl phosphine) (palladium O) 0.5mmol in a room temperature. Heating ebullition of this mixture is carried out for 7 hours. A phase is made to separate after cooling, tert-butyl methyl ether extracts this aquosity phase, organic phases are collected, water and a saturation sodium chloride solution wash, and, subsequently it is made to dry using a sodium sulfate. ;X42S3 56SC 136.1SA 136.7N137I which subsequently removes a solvent by reduced pressure, refines this rough product on silica gel 60 with

recrystallization from column chromatography and an acetone using n-heptane as an eluate, and obtains 2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6-(4-nonylphenyl) pyridine 8.9g (39%).
[0049]

The following compound can be obtained by the same approach. : 2-fluoro-6-(4-nonylphenyl)-3-(4-pentyl phenyl) pyridine; X45S3 39S2 44SC 127N140I;

2-fluoro-3-(4-hexyl phenyl)-6-(4-nonylphenyl) pyridine;

2-fluoro-6-(4-nonylphenyl)-3-(4-octyl phenyl) pyridine;

The 2-fluoro -3, 6-screw-(4-nonylphenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6-(4-octyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6-(4-heptyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6-(4-hexyl phenyl) pyridine;

[0050]

2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6-(4-pentyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6-(4-buthylphenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-heptyl phenyl)-6-(4-propyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-nonylphenyl)-6-(4-pentyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-nonylphenyl)-6-(4-hexyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-nonylphenyl)-6-(4-heptyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-nonylphenyl)-6-(4-octyl phenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-nonylphenyl)-6-(4-nonylphenyl) pyridine;

2-fluoro-3-(4-nonylphenyl)-6-(4-DESHIRU phenyl) pyridine.

[0051]

Example [] 8 2-fluoro-6-nonyl-3-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4' -IRU) pyridine This compound the reaction of Suzuki given in Example 1 -- 4-BUROMO-4' - heptyl biphenyl [58573-93-6] and 2-fluoro-6-nonyl pyridine-3-IRUHOU acid [-- this compound From a 2-fluoro-6-nonyl pyridine, it is manufactured by quiescence of the reaction using metalization given in Example 1, and the trimethyl ester of boric acid given in Example 2. This 2-fluoro-6-nonyl pyridine a 2-BUROMO-6-fluoro pyridine In triethylamine, as a catalyst Screw (triphenyl phosphine) palladium (II) chloride, Make it react with 1-nonyne, make 1-(2-fluoro pyridine-6-IRU) NOIN generate using copper iodide (I) and triphenyl phosphine, and, subsequently to a room temperature and atmospheric pressure, it sets in a tetrahydrofuran. It can obtain from] obtained by hydrogenating using a palladium catalyst (10% / C). Finishing processing and purification are performed as given in Example 1.

[0052]

The following compound can be obtained by the same approach. : 2-fluoro-6-nonyl-3-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-nonyl pyridine;

2-fluoro-6-nonyl-3-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-octyl-3-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-3-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-octyl pyridine;

2-fluoro-3-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-octyl pyridine; [0053]

2-fluoro-6-octyl-3-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-heptyl-3-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-heptyl-3-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-heptyl-3-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;

2-fluoro-6-heptyl-3-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
2-fluoro-6-heptyl-3-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
2-fluoro-6-hexyl-3-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
[0054]

2-fluoro-6-hexyl-3-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
2-fluoro-3-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-hexyl pyridine;
2-fluoro-6-hexyl-3-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
2-fluoro-6-hexyl-3-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
2-fluoro-3-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-pentyl pyridine;
2-fluoro-3-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-pentyl pyridine;
2-fluoro-3-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-pentyl pyridine;
[0055]

2-fluoro-3-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU)-6-pentyl pyridine;
6-DESHIRU-2-fluoro-3-(4-pentyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
6-DESHIRU-2-fluoro-3-(4-hexyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
6-DESHIRU-2-fluoro-3-(4-heptyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
6-DESHIRU-2-fluoro-3-(4-octyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine;
6-DESHIRU-2-fluoro-3-(4-nonyl -1, 1'-BIFEN-4'-IRU) pyridine.

[Translation done.]